Postverlagsort Berlin

FRESENIUS'
ZEITSCHRIFT
FÜR ANALYTISCHE CHEMIE

BEGRÜNDET VON REMIGIUS FRESENIUS

UNTER MITWIRKUNG DER FACHGRUPPE ANALYTISCHE CHEMIE
DER GESELLSCHAFT DEUTSCHER CHEMIKER
VERTRETEN DURCH
H. KIENITZ W. KOCH H. LUTHER H. SPECKER

HERAUSGEGEBEN VON

W. FRESENIUS UND A. KURTENACKER

178. BAND, 6. (SCHLUSS-)HEFT

MIT 11 TEXTABBILDUNGEN

(ABGESCHLOSSEN AM 7. JANUAR 1961)

SPRINGER-VERLAG BERLIN · GÖTTINGEN · HEIDELBERG
J.F. BERGMANN · MÜNCHEN
1961

Z. analyt. Chem.

Fresenius' Zeitschrift für analytische Chemie

Begründet 1862 und herausgegeben bis Band 20 (1881) von *C. Remigius Fresenius*, bis Band 36 (1897) von *C. Remigius* und *Heinrich Fresenius*, Band 37—58 herausgegeben von *Heinrich* und *Wilhelm Fresenius* und *Ernst Hinz*, Band 59 (1920) bis Band 105 von *Wilhelm Remigius* und *Ludwig Fresenius*, Band 105 (1936) von *Remigius* und *Ludwig Fresenius*, Band 106—127 (1944) von *Remigius Fresenius*, Band 128 (1948) herausgegeben von *A. Kurtenacker* und ab Band 129 (1949) von *W. Fresenius* und *A. Kurtenacker*. Bis Band 59 (1919) Wiesbaden, C.W. Kreidel, Band 59—62 (1922) Wiesbaden, C.W. Kreidel und München, J.F. Bergmann, Band 63—127 (1944) München, J.F. Bergmann, ab Band 128 (1948) München, Bergmann, und Berlin, Springer.

Die **„Zeitschrift für analytische Chemie"** erscheint nach Maßgabe des eingehenden Materials zur Ermöglichung rascher Veröffentlichung zwanglos in Heften, die zu Bänden vereinigt werden. Der Preis des Bandes beträgt DM 54,—. Sie bringt als „Originalabhandlungen" selbständige Untersuchungen aus allen Gebieten der analytischen Chemie.

Grundsätzlich dürfen nur Arbeiten eingereicht werden, die vorher weder im Inland noch im Ausland veröffentlicht worden sind. Der Autor verpflichtet sich, sie auch nachträglich nicht an anderer Stelle zu publizieren. Mit der Annahme des Manuskriptes und seiner Veröffentlichung durch den Verlag geht das Verlagsrecht für alle Sprachen und Länder einschließlich des Rechts der fotomechanischen Wiedergabe oder einer sonstigen Vervielfältigung an den Verlag über. Jedoch wird gewerblichen Unternehmen für den innerbetrieblichen Gebrauch nach Maßgabe des zwischen dem Börsenverein des Deutschen Buchhandels e.V. und dem Bundesverband der Deutschen Industrie abgeschlossenen Rahmenabkommens die Anfertigung einer fotomechanischen Vervielfältigung gestattet. Wenn für diese Zeitschrift kein Pauschalabkommen mit dem Verlag vereinbart worden ist, ist eine Wertmarke im Betrage von DM 0,30 pro Seite zu verwenden. *Der Verlag läßt diese Beträge den Autorenverbänden zufließen.*

Der „Bericht über die Fortschritte der analytischen Chemie" enthält, zum Teil in Form von Sammelberichten, kritische Referate über die auf den einzelnen Gebieten an anderer Stelle veröffentlichten Arbeiten über analytische Chemie.

Originalarbeiten und alle sie betreffenden Zuschriften sind zu richten an die

Redaktion der Zeitschrift für analytische Chemie,
Wiesbaden, Kapellenstraße 11/15.

Für Originalabhandlungen wird ein Unkostenersatz von DM 32,— je Druckbogen, jedoch nicht mehr als $1^1/_2$ Druckbogen für einen Beitrag vergütet.

Die Mitarbeiter erhalten von ihrer Arbeit zusammen 40 Sonderdrucke.

Auf möglichst rasche Veröffentlichung der eingelaufenen Arbeiten wird besonderer Wert gelegt.

Springer-Verlag
Heidelberg, Neuenheimer Landstraße 28—30
Fernsprecher 27901 — Fernschreiber 04-61723
Berlin-Wilmersdorf, Heidelberger Platz 3
Fernsprecher 830301 — Fernschreiber 01-83319

J. F. Bergmann
München 27, Trogerstraße 56
Fernsprecher 440535

Band 178 **Inhaltsverzeichnis** (Schluß-)Heft 6

Originalabhandlungen

Seite

Majumdar, A. K., and J. G. Sen Gupta, Spectrophotometric Determination of Ruthenium. Anthranilic Acid as a Reagent. With 7 Figures in the Text 401

Kainz, G., und H. Horwatitsch, Über die Desaktivierung von Oxydationsschichten in Sauerstoffatmosphäre. Mit 3 Textabbildungen 406

Daecke, H., und R. Kraul, Über einen neuen Nachweis von Chlorpikrin 412

Sangal, S. P., and A. K. Dey, Complexometric Determination of Thorium using Sulphodichlorohydroxy Dimethyl Fuchson Dicarboxylic Acid (Trisodium Salt) as an Indicator 415

Feigl, F., D. Goldstein and D. Haguenauer-Castro, Contributions to Organic Spot Test Analysis 419

Heller, K., und U. Wagner, Bestimmung von Selen in Prednison und seinen Derivaten 428

Die Wiedergabe von Gebrauchsnamen, Handelsnamen, Warenbezeichnungen usw. in dieser Zeitschrift berechtigt auch ohne besondere Kennzeichnung nicht zu der Annahme, daß solche Namen im Sinn der Warenzeichen- und Markenschutz-Gesetzgebung als frei zu betrachten wären und daher von jedermann benutzt werden dürften.

Bericht über die Fortschritte der analytischen Chemie

I. Allgemeine analytische Methoden, Apparate und Reagentien

Seite
Literatur (U.S. Atomic Energy Commission; K. Thinius) 431
Spektrophotometrische Analyse von binären Gemischen (D. Ciecierska-Stokłosa, K. Gorczyńska, J. Świętosławska und H. Walędziak) . . . 432
Einfluß von verschiedenen Faktoren auf die Länge der Farbzone eines Ions in der Adsorptionschromatographie an Aluminiumoxyd (A. Górski; W. Kemula und A. Górski) 433
Gaschromatographie (J. A. Cooper, R. Canter, F. L. Estes und J. H. Gast; J. J. Duffield und L. B. Rogers; L. J. Schmauch und R. A. Dinerstein; U. Schwenk und H. Hachenberg) 433
Elektrochemische Methoden in der Ultramikroanalyse (I. P. Alimarin und M. N. Petrikova) 435
Automatische Hochwiderstands-Polarographie an vibrierenden Platinelektroden (V. M. Leont'ev und N. A. Fedotov) 435
Oscillopolarographisches Schema mit amalgamierter Silberelektrode (E. M. Skobec und V. I. Šapoval) 435
pH-Messungen unterhalb des Gefrierpunktes (L. van den Berg) 435
Radiometrische Titrationen mit dem Radioisotop ^{110}Ag (P. Bebeșel und I. Sîrbu) 435
Thermochemische Titration in geschmolzenen Salzen (J. Jordan, J. Meier, E. J. Billingham jr. und J. Pendergrast; J. Jordan, J. Meier, E. J. Billingham jr. und J. Pendergrast) 436
Systematische qualitative Analyse von Gemischen fester Substanzen (A. Łodzińska und M. Czakis; I. A. Koršunov und M. K. Čennikova; N. A. Tananajev) 436
Bestimmung von kleinen Abweichungen in der stöchiometrischen Zusammensetzung von Einkristallen von Metalloxyden (H. B. Sachse) 437
Peroxychromsäure als anorganischer Indicator in der Neutralisierungstitration (S. Kotkowski und A. Lassocińska) 437
Verwendungsmöglichkeit mikrobiologischer Methoden in der analytischen Chemie (H. Klaushofer) 438
Flammenspektrometer mit Spektrumregistrierung auf Papier (N. S. Poluektov, S. B. Popova und L. A. Ovčar) 438
Apparatur zur Aufnahme von Pyrolysekurven organischer und anorganischer Verbindungen (R. N. Rogers, S. K. Yasuda und J. Zinn) 438

IV. Spezielle analytische Methoden

3. Analysenmethoden auf dem Gebiete der Pharmazie

Flammenphotometrische Bestimmung von Natrium- und Kaliumgehalten in pharmazeutischen Grundstoffen (E. Pungor und E. Király) 439
Bestimmung von Calcium und Schwefel in Salben, Streupulvern und Einreibungen (M. Šaršúnová, J. Tölgyessy und J. Majer; J. Tölgyessy, M. Šaršúnová und J. Majer) 439
Gleichzeitige Bestimmung von zwei- und dreiwertigem Eisen in galenischen Präparaten (M. Mandák, L. Zathurecký, L. Molnár und J. Tomáška) 440

Seite

Äthanolbestimmung mit Hilfe der azeotropen Destillation (B. Melichar und I. Jakubec; B. Melichar, J. Horka, E. Nečesaná und D. Malá) 440
Quantitative gaschromatographische Bestimmung von Äthanol in pharmazeutischen Produkten (H. J. Wesselman) 440
Papierchromatographie der Barbiturate (K. Macek) 441
Photometrische und UV-spektrophotometrische Bestimmung von N,N'-(Bismethylchinolyl-methylsulfat-6)-harnstoff (V. Špinková und J. Zýka; V. Špinková und J. Zýka) 441
Säulenchromatographische Bestimmung von Digitoxin in Fingerhutblättern (F. Neuwald, H.-J. Didier und G. Grimmer). Mit 1 Textabbildung . . . 442
Fluorimetrische Isonicotinsäurehydrazidbestimmung (T. Momose, Y. Ueda, Y. Mukai und K. Watanabe) 443
Heterometrische Untersuchung der Reaktion zwischen N-haltigen organischen Verbindungen, vor allem Alkaloiden, und Wismutnitrat in Gegenwart von Kaliumjodid (M. Bobtelsky und M. M. Cohen) 443
Reaktionen von Alkaloiden und anderen stickstoffhaltigen Basen mit Tetraphenyloborat (M. Bobtelsky und M. M. Cohen) 444
Alkaloide (K. Teichert, E. Mutschler und H. Rochelmeyer; M. Šaršúnová und J. Menkynová; L. Molnár und K. Molnárová; L. Molnár; L. Molnár und K. Molnárová; L. Molnár und E. Domková; A. Arlington und T. S. Forist; I. Corubolo und T. Bicán-Fister; S. Kori, Y. Tamaki und M. Fujita; E. Kopp, E. Kotilla und K. Csedö; C. A. Teijgeler; P. N. Kaul, E. Brochmann-Hanssen und E. L. Way; E. Kahane und M. Kahane; H. Wachsmuth und L. van Koeckhoven; H. Wachsmuth und L. van Koeckhoven; H. Wachsmuth und L. van Koeckhoven; B. J. Camp und J. A. Moore; E. Ch. Timbekov, R. Š. Jamatova und A. S. Sadykov) . . . 444
Vollautomatische Apparatur zur Bestimmung von Streptomycin und Penicillin in Fermentansätzen (A. Ferrari, F. M. Russo-Alesi und J. M. Kelly) 452
Oxytetracyclin (K. Kakemi, T. Yokota, und T. Nadai; K. Kakemi, T. Yokota und T. Nadai) 452
Colorimetrische Bestimmung von Fradiomycin (K. Kakemi und S. Ohashi) 453

4. Analyse von biologischem Material

Ultramikromethoden im klinischen Laboratorium (M. F. Schloss) 453
Schnellauswertung der Elektrophoresediagramme menschlicher Seren (K. H. Höfle) 453
Spektrographische Bestimmung der Spurenelemente in Blut, Blutserum und Erythrocyten gesunder und verbrennungsgeschädigter Individuen (U. Silvestri) 454
Trennung von Phosphatidgemischen (J. Perrin und L. Saunders) 454
Bestimmung von Carnitin in biologischen Substraten (G. Deltour, J. Broekhuysen und L. Dierickx; S. Friedman) 454
Bestimmung von Neuraminsäure in rohen Gehirnlipoiden (C. Long und D. A. Staples; J. Folch, M. Lees und G. H. Sloane-Stanley; P. Böhm, St. Dauben und L. Baumeister) 454
Bestimmung von Polysaccharidhexosen und -hexosaminen im normalen menschlichen Serum (I. Martirani, G. Höxter, B. L. Wajchenberg, I. Mariani und A. B. U. Cintra) 455
Chromatographische Trennung von Chondrosin und Hyalobiuronsäure an sauren Austauschern (A. Hallén) 455
Bestimmung des freien, nicht proteingebundenen Thyroxins im Serum (L. K. Christensen; L. K. Christensen) 455

Seite

Cholesterin (H. Gibitz; F. Monforte; A. Zlatkis, B. Zak und A. Boyle; J. Liefschütz; R. Schönheimer und W. M. Sperry; E. Dannenberg; R. L. Searcy und L. M. Bergquist; F. Zlatkis, B. Zak und J. Boyle; N. Crawford; J. Hardwicke; F. Bode) 456
Bedeutung und Bestimmung des Cholesterins und der 17-Ketosteroide im klinischen Laboratorium (H. Weller; H. Weller) 459
Stabilisierung der Farbreaktionen der Steroide in zugeschmolzenen Glascapillaren (K. Nagasawa und T. Watanabe; K. Nagasawa und T. Watanabe) 459
Tüpfelprobe von Farbreaktionsprodukten der Steroide (K. Nagasawa und T. Watanabe; G. Woker und I. Antener) 459
Papierchromatographie von Steroiden (L. Stárka und M. Prusíková) 459
Chromatographische Trennung einiger Steroide auf Glaspapier (J. G. Hamilton und J. W. Dieckert; J. G. Hamilton und J. W. Dieckert; J. W. Dieckert, W. B. Carney, R. L. Ory und N. J. Morris) 460
Analytische Versuche mit Steroiden aus der Gruppe der Pregnantriole (S. Weinmann, J. Weinmann, E. E. Baulieu, P. Desgrez und M. F. Jayle) 460
Beseitigung störender Chromogene bei der Zimmermann-Reaktion zur Bestimmung der 17-Ketosteroide (A. G. Ware, J. A. Demetriou, S. Notrica, R. Searcy, C. Walberg und F. Cox; I. J. Drekter, A. Heisler, G. R. Scism, S. Stern, S. Pearson und T. H. McGavack; C. Sobel, O. J. Golub, R. J. Henry, S. L. Jacobs und G. Basu; W. M. Allen) . . . 460
Papierchromatographie eines Secosteroids (J.-C. Gounelle; E. Kodicek und D. R. Ashby; M. Pesez) 461
Trennung und Bestimmung von Steroidhormonen (T. Kitazawa, M. Naito und F. Yoshida) 461
Bestimmung von freiem Oestron, 17β-Oestradiol und 17-Oestradiol in Foetalcotyledonen vom Rind (E. L. Veenhuizen, R. E. Erb und J. Gorski; J. Gorski und R. E. Erb; R. W. Bates und H. Cohen) 461
Trennung und Bestimmung freier Purine, Pyrimidine und Nucleoside in Kabeljaumuskulatur (N. R. Jones) 462
Qualitative Prüfung von Konkrementen auf Harnsäure (D. Bakalov) 462
Wolframometrische Bestimmung von Harnsäure im Harn (L. A. Mai; L. A. Mai) 462
Enzymatische spektrophotometrische Harnsäurebestimmung (L. Liddle, J. E. Seegmiller und L. Laster; E. Praetorius; E. Praetorius und H. Poulsen; T. V. Feichtmeir und H. T. Wrenn) 462
Bestimmung der Adeninpolyphosphate im Krötenmuskel (G. P. Briner; H. A. Krebs und R. Hems; R. Markham und J. D. Smith; R. D. Hotchkiss) 463
Titrimetrische Bestimmung der Kreatinphosphokinase (A. K. Cho, W. L. Haslett und D. J. Jenden) 463
Fluorimetrische Bestimmung der Milchsäuredehydrogenaseaktivität im Serum (T. Laursen) 464
Namen- und Sachverzeichnis 465

Vor kurzem erschien:

Praktikum der qualitativen Analyse

Von Professor Dr. S. WALTER SOUCI,

Direktor der Deutschen Forschungsanstalt für Lebensmittelchemie, München,

unter Mitwirkung von Professor Dr. HEINRICH THIES,

Abteilungsvorstand der pharmazeutisch-chemischen Abteilung des Instituts für Pharmazie und Lebensmittelchemie der Universität, München

Sechste, völlig neu bearbeitete Auflage. (Die letzte Auflage erschien unter dem Titel „Anleitung zum Praktikum der analytischen Chemie", Teil 1)

Mit 4 Textabbildungen. X, 260 Seiten 8°. 1960. Steif geheftet DM 19,80

AUS DEM VORWORT

Da sich die vorliegende Praktikumsanleitung seit vielen Jahren im Unterricht bewährt hat, erschien es angezeigt, Aufbau und Unterrichtsprinzip auch in der sechsten Auflage in ihren Grundzügen beizubehalten. Es war aber erforderlich, den Text in vielen Einzelheiten umzugestalten, um ihn dem neuesten Wissensstand anzupassen. Dies gilt besonders für die theoretischen Kapitel, die von Grund auf umgearbeitet werden mußten, ferner für die Angaben über Vorkommen, Bedeutung und Verwendung der einzelnen Substanzen, die sich jeweils als Einführung zu Beginn jedes Kapitels finden. Erstmalig wurde in dieser Auflage die moderne Nomenklatur entsprechend den Richtsätzen der *International Union of Pure and Applied Chemistry* (IUPAC) angewandt. Zur Erleichterung der Umgewöhnung sind in einer Tabelle die alten und neuen Bezeichnungen einander gegenübergestellt. Eine grundsätzliche Abänderung gegenüber früheren Auflagen besteht schließlich darin, daß im Anschluß an jeden Abschnitt jeweils die entsprechenden Teilanalysengänge aufgenommen wurden. Dagegen ist der Gesamtanalysengang in einem gesonderten Buch: *Ausführung qualitativer Analysen* erschienen, das nach Durcharbeitung aller vier Abschnitte der vorliegenden Anleitung zu benützen ist.

J. F. BERGMANN · MÜNCHEN

Department of Inorganic and Analytical Chemistry, Jadavpur University, Calcutta (India)

Spectrophotometric Determination of Ruthenium

Anthranilic Acid as a Reagent

By
A. K. Majumdar and J. G. Sen Gupta

With 7 Figures in the Text

(Received August 27, 1960)

Anthranilic acid, which was used as a reagent for the spectrophotometric determinations of osmium[3] and platinum[4], has been found to be equally effective for the determination of ruthenium when present in small quantities and in this communication is described the method found suitable for the purpose.

Ruthenium trichloride on treatment with a solution of sodium anthranilate forms, at the p_H range 5.2 to 6, a green complex with the maximum absorption at 620 nm. The colour system obeys Beer's law from 1 to 20 ppm of ruthenium(III), but the optimum concentration range, as obtained from Ringbom's curve[5], is from 4 to 16 ppm, where the per cent relative analysis error per 1% absolute photometric error, calculated according to Ayres[1] suggestion, is 3.2.

Continuous variation[2] and molar ratio[6] methods suggest that in solution ruthenium(III) forms a 1:2 complex with the reagent, with an average dissociation constant of $1.74 \cdot 10^{-8}$ at 24° C.

Experimental

Apparatus and Solutions

All optical density measurements were made with a Unicam SP 600 spectrophotometer provided with corex glass cells of 1 cm thickness.

p_H of the solutions were determined with a Cambridge p_H indicator.

A standard solution of ruthenium trichloride was prepared from 1 g sample of ruthenium chloride of Johnson and Matthey. The entire amount of it was transferred into a 500 ml flask where it was dissolved and made up to the volume with 1% (by volume) of hydrochloric acid. A known amount of the solution was taken in a Rose crucible and after evaporation to dryness on a hot plate, the residue was ignited in an atmosphere of hydrogen to a constant weight. Duplicate samples gave the same result after analysis. Solutions weaker than this were then prepared by proper dilution.

Solutions of various other ions including those of the platinum metals and *buffer solutions* were prepared by following the methods reported earlier[3].

Reagent Solution. A 2% solution of sodium anthranilate (2 g of anthranilic acid per 100 ml solution) was prepared from the recrystallised reagent (m.p. 145° C). The solution was kept slightly acid by the addition of a few drops of dilute sulphuric acid.

Absorbance Curves

For absorption studies, different amounts of ruthenium(III) solution were taken in separate flasks each of which contained 5 ml of the reagent solution. The volume of each solution was made up to 25 ml by sodium acetate-acetic acid buffer of p_H 5.9 and allowed to stand for 2 hours at the room temperature (24° C). The optical densities of these solutions were then measured against a reagent blank at different wave lengths.

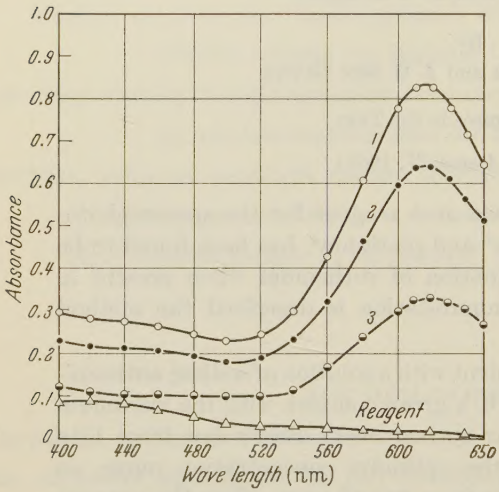


Fig. 1. Absorbance curves for sodium anthranilate and its ruthenium(III)complex at p_H 5.9. Curve *1*: 22 ppm ruthenium + 5 ml of 2% reagent; Curve *2*: 16 ppm ruthenium + 5 ml of 2% reagent; Curve *3*: 8 ppm ruthenium + 5 ml of 2% reagent; Total volume in each case 25 ml

The results obtained thereof are represented in Fig. 1. The latter shows that absorption maximum always occurs at 620 nm. The reagent, having negligible absorption in this region, causes no interference even when excess of it is present.

Effects of p_H, Reagent and Time

p_H's of the solutions, containing a fixed amount of ruthenium(III) and 5 ml of the reagent, were adjusted to different values by dilute sulphuric acid, sodium acetate-acetic acid buffer and sodium hydroxide, according as described in previous papers[3,4]. The volume of each solution was made up to 25 ml and allowed to stand for 2 hours before its optical density was measured at 620 nm against the reagent blank, maintained at the p_H of the colour system. Thus it was found that with the rise of p_H up to 5.2 the optical density increased and then remained constant between the p_H range 5.2 and 6.0. Moreover, for full colour development with 1 to 20 ppm of ruthenium(III), though 3 ml of the reagent were found sufficient, addition of more reagent up to 6 ml did not affect the optical density of the solution.

Although the instantaneous formation of the colour product, on mixing of the ruthenium trichloride solution with the reagent, was noticed, it attained the maximum intensity only on standing for 2 hours at the room temperature. Once developed, the colour system maintains its optical density even for 24 hours.

So for all subsequent studies, the addition of 5 ml of the reagent solution, adjustment of p_H between 5.2 and 6 by sodium acetate acetic acid buffer and a reaction period of 2 hours at the room temperature were strictly adhered to.

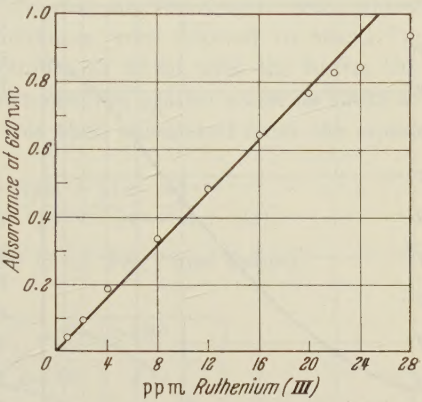


Fig. 2. Beer's law plots: p_H 5.9

Beer's Law, Optimum Range and Accuracy

The organo-ruthenium(III) complex obeys Beer's law over the range 1 to 20 ppm (cf. Fig. 2).

The per cent relative error per 1% absolute photometric error was calculated and plotted against transmittancy in the same way as stated in an earlier paper[3]. The way in which analysis error varies with the transmittancy is shown in Fig. 3.

Optimum concentration range as determined from the curve in Fig. 4, obtained by plotting per cent absorptancy (100% transmittancy) against log concentration, shows that the range is 4 to 16 ppm. In this range the per cent relative analysis error per 1% absolute photometric error is 3.2 (cf. previous communications[3,4]).

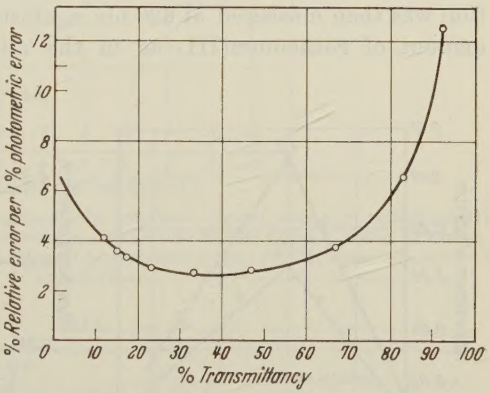


Fig. 3. Evaluation of per cent relative error (dc/c · 100), relative to 1% absolute photometric error

Sensitivity and Molar Extinction Coefficient

Spectrophotometric sensitivity (SANDELL) and molar extinction coefficient were calculated from the Beer's law curve and were found to be 0.024 $\mu g/cm^2$ and 4271.4, respectively.

Effect of Diverse Ions

In presence of the ions, whose effect was to be studied, the colour of the ruthenium solution was developed and optical density was measured in the same way as stated above. The results of such experiments show that 8 ppm of ruthenium(III) can tolerate up to maximum of 12 ppm of palladium, 16 ppm of thorium, strontium or zirconium, 20 ppm of

uranium(VI), 32 ppm of barium, cadmium or manganese, or 50 ppm of calcium or magnesium. Solutions of EDTA (disodium salt) and of ions of rhodium(III), tungsten(VI), mercury(II), copper, bismuth, arsenic(III), cobalt, nickel, zinc and iron(III) interfere.

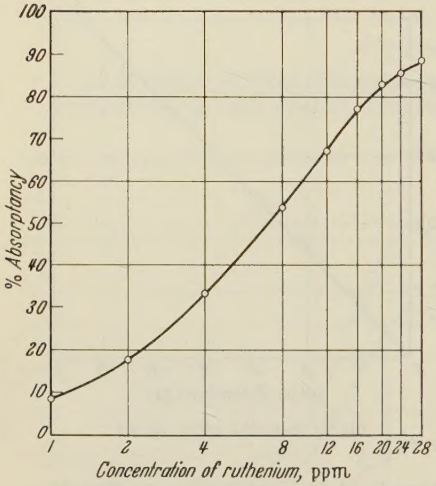


Fig. 4. Calibration curve for ruthenium(III)-anthranilic acid complex at 620 nm

Nature of the Complex in Solution

The composition of the complex in solution was studied by Job and molar ratio methods. In both the methods, equimolecular solutions of ruthenium(III) chloride and the reagent were mixed in the proper proportions and the mixtures were allowed to stand overnight. Their volumes were then made up to 25 ml by sodium acetate-acetic acid buffer of p_H 5.9. The optical density of each solution was then measured at 620 nm against a blank containing the same amount of ruthenium(III) as in the mixture. Results of these two

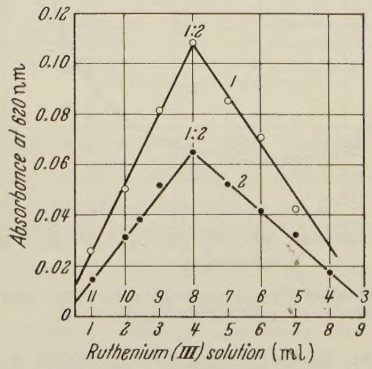


Fig 5

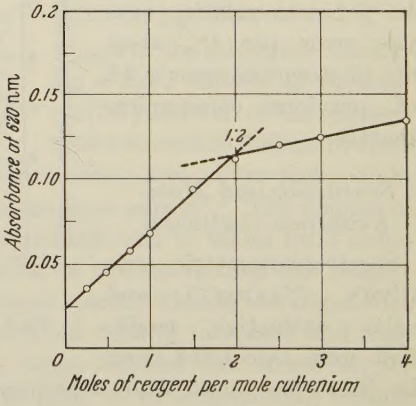


Fig 6

Fig. 5. Determination of reaction ratio of reagent to ruthenium(III) by Job's method. Curve *1*: concn. of ruthenium(III) = concn. of anthranilic acid (sodium salt) = $1.6 \cdot 10^{-3}$ M; Curve *2*: concn. of ruthenium(III) = concn. of anthranilic acid (sodium salt) = $0.8 \cdot 10^{-3}$ M; Total volume 120 ml in each case

Fig. 6. Determination of reaction ratio of reagent to ruthenium(III) by the "molar ratio" method

methods, as represented in Figs. 5 and 6, suggest that ruthenium forms a 1:2 complex with the reagent.

Dissociation Constant of Ruthenium-Anthranilic Acid Complex

To determine the dissociation constant of the complex, nonequimolecular solutions of ruthenium trichloride and the reagent were mixed in different proportions and the mixtures were allowed to stand for 24 hours. After making up their volumes to 25 ml with the buffer the optical densities of the solutions were measured against water as blank at 620 nm. The dissociation constant was then calculated from the equation[3]:

$$K = \frac{c^{(m+n-1)} \cdot p^{(n-1)} [(pm + n)x - n]^{m+n}}{m^{(n-1)} \cdot n^{(m-1)} \cdot (p-1)^{(m+n-1)} [n - (m+n)x]}$$

and was found to be $1.74 \cdot 10^{-8}$ at 24° C (cf. Fig. 7 and Table).

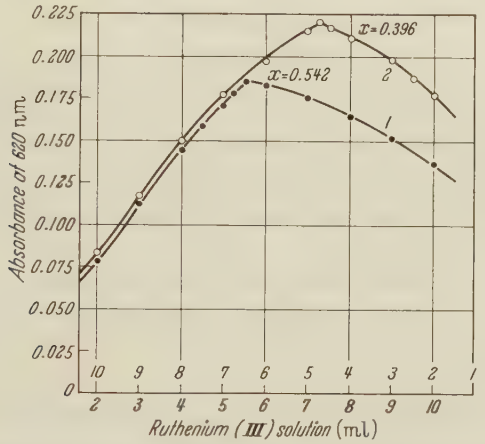


Fig. 7. Absorbance of mixtures of non-equimolecular solutions. Curve *1*: concn. of ruthenium(III) = $0.8 \cdot 10^{-3}$ M, concn. of anthranilic acid (sodium salt) = $1.6 \cdot 10^{-3}$ M; Curve *2*: concn. of ruthenium(III) = $0.8 \cdot 10^{-3}$ M, concn. of anthranilic acid (sodium salt) = $3.2 \cdot 10^{-3}$ M; Total volume 12 ml in each case

Table

Fig.	Curve	Conc. (10^3 M) of Ru^{III}	Conc. (10^3 M) of anthranilic acid	x	p	Wave length nm	$K \cdot 10^8$
7	1	0.8	1.6	0.542	2	620	1.62
7	2	0.8	3.2	0.396	4	620	1.86

Mean $K = 1.74 \cdot 10^{-8}$

o-Amino-phenol-p-sulphonic acid forms a red complex with ruthenium(III) after a development period of 2 hours and a half at 20° C. At a p_H range of 4 to 6, the colour system shows maximum adsorption at 560 nm and a broad band of slightly lower absorbancy centering at about 440 nm. It does not obey Beer's law, though, absorbance-

concentration plot follows linearity from 4 to 32 ppm of ruthenium(III). However, the optimum concentration range is from 8 to 24 ppm of ruthenium(III).

Summary

A new method for the spectrophotometric determination of ruthenium with anthranilic acid has been described. The reagent, at p_H range 5.2—6, forms with ruthenium(III) a green complex having absorption maximum at 620 nm. The colour system obeys Beer's law for 1 to 20 ppm with an optimum concentration range of 4 to 16 ppm where the per cent relative error per 1% absolute photometric error is 3.2.

JOB and molar ratio methods indicate the formation of a 1:2 complex between ruthenium(III) and the reagent and the average dissociation constant of the complex is $1.74 \cdot 10^{-8}$ at 24° C.

References

[1] AYRES, G. H.: Analyt. Chemistry **21**, 652 (1949); cf. Z. analyt. Chem. **131**, 359 (1950). — [2] JOB, P.: Ann. Chimica [10] **9**, 113 (1928). — [3] MAJUMDAR, A. K., and J. G. SEN GUPTA: Anal. chim. Acta (Amsterdam) **20**, 532 (1959); cf. Z. analyt. Chem. **173**, 262 (1960). — [4] MAJUMDAR, A. K., and J. G. SEN GUPTA: Z. analyt. Chem. **177**, 265 (1960). — [5] RINGBOM, A.: Z. analyt. Chem. **115**, 332 (1938/39). — [6] YOE, J. H., and A. L. JONES: Ind. Engng. Chem., anal. Edit. **16**, 111 (1944); cf. Z. analyt. Chem. **129**, 181 (1949).

Prof. A. K. MAJUMDAR, Department of Inorganic and Analytical Chemistry, Jadavpur University, Calcutta-32 (India)

Aus dem Analytischen Institut der Universität Wien

Über die Desaktivierung von Oxydationsschichten in Sauerstoffatmosphäre

Von

GERALD KAINZ und HEINZ HORWATITSCH

Mit 3 Textabbildungen

(Eingegangen am 22. Juli 1960)

In einer früheren Arbeit[2] haben wir beobachtet, daß die Wirksamkeit von Oxydationsschichten in Kohlendioxyd-Atmosphäre keineswegs konstant bleibt, sondern allmählich abnimmt. Dies hat zur Folge, daß die Oxydationsleistung nach einer gewissen Betriebsdauer unter 100% absinkt.

Es schien nun wünschenswert, zu untersuchen, ob auch beim Erhitzen in *Sauerstoff*-Atmosphäre eine Leistungsabnahme der Oxydschicht eintritt. Eine solche Untersuchung schien um so mehr angebracht, da dieses Thema im Rahmen der Elementaranalyse noch nicht behandelt worden ist.

Um den Desaktivierungsverlauf zu ermitteln, boten sich zwei Möglichkeiten. Eine Möglichkeit bestand darin, das Oxyd durch längere Zeit auf eine konstante Temperatur (Verbrennungstemperatur) zu erhitzen und in gewissen Zeitabständen die Leistung (mit Methan) zu bestimmen. Die andere Möglichkeit war die, das Oxyd kurzzeitig bei höheren Temperaturen zu tempern und — nach Abkühlen auf die Verbrennungstemperatur — seine Leistung zu bestimmen. Wir wählten den zweiten Weg, um überhaupt einen Einblick in das Ausmaß der Desaktivierung in Sauerstoff zu erhalten. Für die Untersuchung benützen wir solche Oxyde, die sich in früheren Arbeiten[3,4] als besonders leistungsfähig erwiesen hatten. Für Vergleichszwecke zogen wir allerdings auch weniger wirksame Präparate heran.

1. Kupferoxyd

Wir bestimmten zunächst die Leistungsänderung von drahtförmigem (grobem) Kupferoxyd, das bis jetzt am häufigsten als Oxydationsschicht

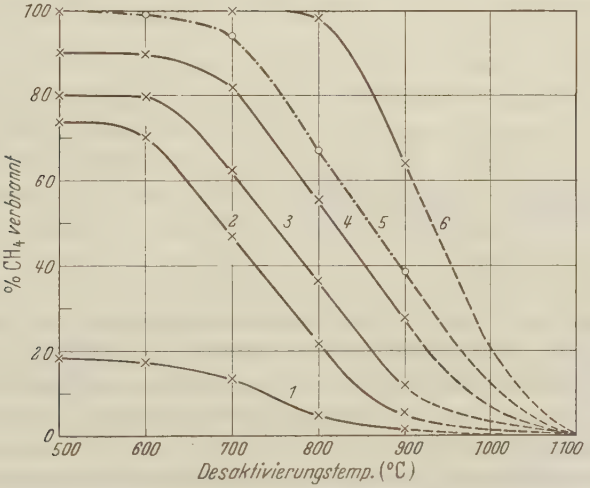


Abb. 1. Leistungsabnahme von verschiedenen Kupferoxyd-Präparaten. a) *in Sauerstoff: 1* drahtförmiges Kupferoxyd; *2* Korngröße 0,30—0,75 mm; *3* Korngröße 0,15—0,30 mm; *4* Korngröße 0,08—0,15 mm; *6* gefälltes Kupferoxyd. b) *in Kohlendioxyd: 5* gefälltes Kupferoxyd. Verbrennungstemperatur: 500 °C

verwendet wird. Wie man aus Abb. 1, Ziffer 1 ersieht, nimmt seine Wirksamkeit oberhalb 600° C ab. Es erfolgt also auch in Sauerstoff-Atmosphäre eine Desaktivierung.

Als nächstes untersuchten wir Kupferoxyd, das auf verschiedene Korngrößen zerkleinert worden war. Aus Abb. 1, Ziffer 2, 3 und 4 geht hervor, daß diese Präparate zwar wesentlich leistungsfähiger sind als grobes

Kupferoxyd, doch nimmt ihre Leistung ebenfalls oberhalb 600° C ab. Die Lage der Desaktivierungskurve ist allerdings abhängig von der Korngröße (Oberfläche) des Präparats: mit fallender Korngröße verschiebt sich die Desaktivierungskurve zu höheren Temperaturen. Dies bedeutet, daß ein feinkörniges Präparat nach Desaktivierung noch immer leistungsfähiger ist als ein grobkörniges Präparat nach derselben Vorbehandlung.

In Abb. 1 fällt weiters auf, daß die Desaktivierungskurven anscheinend einem gemeinsamen Zielpunkt zustreben, der — nach graphischer Extrapolation — bei etwa 1100° C liegt. Ein Erhitzen auf diese Temperatur führt also alle Kupferoxydpräparate, gleichgültig, ob sie vorher mehr oder minder aktiv waren, in eine wenig aktive Form über.

Zum Vergleich haben wir in Abb. 1 auch die Desaktivierungskurve von gefälltem Kupferoxyd in Sauerstoff- und Kohlendioxyd-Atmosphäre (Ziffer 6 und 5) eingezeichnet. Man sieht, daß die Leistungsabnahme in Kohlendioxyd schon bei tieferen Temperaturen einsetzt als im Sauerstoff. Der Sauerstoffgehalt des Spülgases wirkt sich also nicht nur auf die Oxydationsleistung[3], sondern auch auf das Ausmaß der Desaktivierung aus.

Im folgenden sollen nun die Ursachen der Desaktivierung in Sauerstoff erörtert werden. Wie wir in einer früheren Arbeit[2] festgestellt haben, kommt die Desaktivierung in Kohlendioxyd-Atmosphäre durch eine Verminderung der wirksamen Kupfer(II)-oxydoberfläche zustande. Zum Teil schrumpft die Oberfläche durch Sintern zusammen, zum Teil spaltet Kupfer(II)-oxyd Sauerstoff ab und geht in das viel weniger wirksame Kupfer(I)-oxyd über.

Wendet man diese Formulierung auf die Verhältnisse in Sauerstoff-Atmosphäre an, so kommt man zu dem Ergebnis, daß der erste Faktor — die Sinterung — auch in Sauerstoff zutreffen muß. Anders ist es hingegen mit dem zweiten Faktor, mit der Dissoziation von Kupfer(II)-oxyd. Zweifellos tritt auch in Sauerstoff beim Tempern des Präparates eine teilweise Dissoziation ein. Da aber im nachfolgenden (bei der Bestimmung der Oxydationsleistung) nur auf 500° C erhitzt wurde, so wurde das gegebenenfalls entstandene Kupfer(I)-oxyd wieder oxydiert. Damit verbleibt als Desaktivierungsursache in Sauerstoff nur die Schrumpfung der Oberfläche durch Sintern. Die in Abb. 1 dargestellten Desaktivierungskurven geben also — im Wege über die Oxydationsleistung — ein Bild von der Abnahme der Oberfläche.

Das Sintern erklärt auch das Zusammenlaufen der Desaktivierungskurven bei einer bestimmten Temperatur (bei Kupferoxyd: 1100° C). Bei dieser Temperatur schmilzt zwar Kupfer(II)-oxyd noch nicht, doch bildet es mit dem vorhandenen Kupfer(I)-oxyd ein Eutekticum (vgl.[1]). Dadurch sinkt die wirksame Oberfläche auf ein Minimum herab.

2. Kobaltoxyd

Bei Kobaltoxyd interessierte uns vor allem das gefällte Präparat, das zu den leistungsfähigsten Oxyden in Sauerstoff-Atmosphäre zählt[3]. Aus Abb. 2, Ziffer 1 geht hervor, daß dieses Präparat gegen Erhitzen relativ stabil ist. Erst oberhalb 750° C nimmt seine Wirksamkeit merklich ab. Nach den obigen Ausführungen bedeutet dies, daß über 750° C eine stärkere Sinterung eintritt, verbunden mit einer Abnahme der Oberfläche.

Da sowohl die Verbrennungskurve dieses Präparats[3] als auch seine Desaktivierungskurve sehr günstig liegen, so kann es ganz besonders für die C-H-Bestimmung empfohlen werden (obere Temperaturgrenze 750° C).

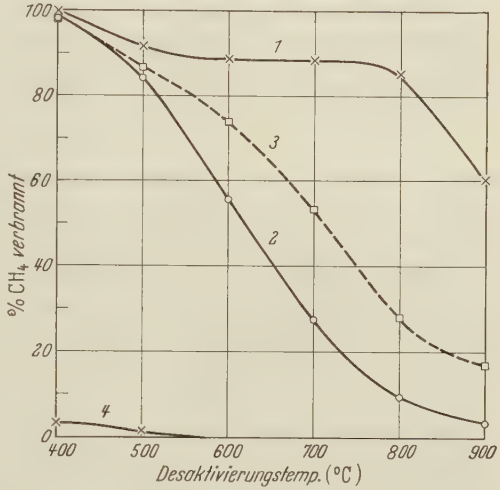


Abb. 2. Leistungsabnahme von: *1* gefälltem Co_3O_4; *2* Co_3O_4 auf grobem Kupferoxyd (als Träger); *3* Co_3O_4-Komponente; *4* Kupferoxyd-Komponente. Verbrennungstemperatur: 400° C

3. Kobaltoxyd auf Kupferoxyd (als Träger)

Imprägniert man grobes Kupferoxyd mit Kobaltnitrat und zersetzt dieses bei 500° C zu Co_3O_4, so erhält man, wie aus der Verbrennungskurve[3] zuschließen ist, ein recht leistungsfähiges Präparat. Die nunmehr aufgenommene Desaktivierungskurve (Abb. 2, Ziffer 2) zeigt allerdings, daß dieses Mischpräparat gegenüber Erhitzen sehr empfindlich ist und daher verhältnismäßig schnell desaktiviert wird.

Um die Ursache für die stärkere Desaktivierung dieses Mischpräparates zu finden, haben wir die Desaktivierungskurven der reinen Komponenten ermittelt. Hierbei ergab sich der überraschende Befund, daß die Co_3O_4-Komponente (Ziffer 3) nicht so schnell desaktiviert wird wie das Mischpräparat. Dies bedeutet, daß neben dem Sintern noch eine zusätzliche Reaktion eintreten muß, die die wirksame Oberfläche vermindert. In Analogie zu den früher untersuchten Mischpräparaten[4] können wir annehmen, daß es sich hierbei um eine Festkörperreaktion zwischen den beiden Komponenten handelt, die bei etwa 450° C einsetzt und die wirksame Komponente (Co_3O_4) in eine wenig wirksame Verbindung umwandelt.

Das Mischpräparat CuO-Co_3O_4 wäre auf also Grund der Verbrennungskurve gut für die C-H-Bestimmung geeignet. Auf Grund der Desakti-

vierungskurve kann es jedoch nicht empfohlen werden, es sei denn, daß man soviel Kobaltoxyd verwendet, daß nicht nur die Kupferoxyd-Oberfläche abgesättigt wird, sondern auch ein Überschuß (zur Oxydation der organischen Substanz) verbleibt.

4. Chrom(III)-oxyd

Die Desaktivierungskurve ist in Abb. 3, Ziffer 1 dargestellt. Wie man sieht, nimmt seine Leistungsfähigkeit durch Desaktivierung nur geringfügig ab. Da auch seine Verbrennungskurve günstig liegt — die Mindesttemperatur einer 2,5 cm langen Schicht beträgt 500° C — so kann es ebenfalls für die C-H-Bestimmung empfohlen werden; allerdings sind Kobaltoxyd und Kupferoxyd leistungsfähiger.

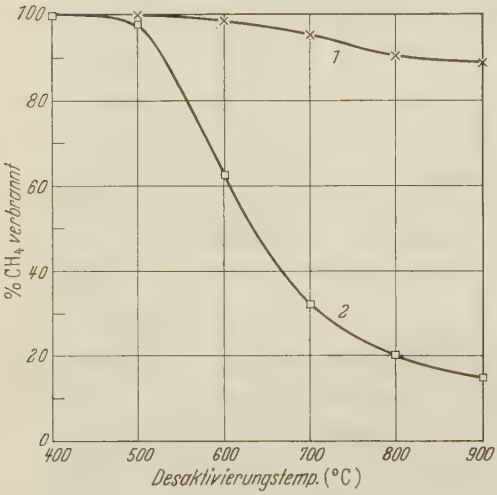


Abb. 3. Leistungsabnahme von: *1* Chrom(III)-oxyd; *2* gefälltem Mangandioxyd. Verbrennungs-Temperatur 500° C

5. Mangandioxyd

Wie wir früher[3] ausgeführt haben, ist gefälltes Mangandioxyd oxydativ recht wirksam: seine Verbrennungskurve erreicht bei 410° C den 100%-Wert (2,5 cm-Schicht). Die Desaktivierungskurve (Abb. 3, Ziffer 2) zeigt jedoch, daß es gegen Desaktivierung sehr empfindlich ist. Der Leistungsabfall setzt bereits bei 500° C ein; nach kurzem Erhitzen auf 900° C ist es bereits so geschädigt, daß es erst oberhalb 680° C verwendet werden könnte.

Wir fanden nun, daß diese starke Desaktivierung durch zwei Faktoren bedingt ist: 1. Mangandioxyd sintert beim Erhitzen besonders stark, wodurch eine Verminderung der Oberfläche (und damit der Oxydationsleistung) eintritt. 2. Die wirksame Mangandioxyd-Oberfläche nimmt zusätzlich noch durch Abspaltung von Sauerstoff ab. Dieser Vorgang setzt bei etwa 550° C ein. Da die Sauerstoffabspaltung — zum Unterschied von den obigen Präparaten — irreversibel ist, so ist der Verlust an wirksamer Oberfläche größer als bei den anderen Präparaten.

Aus diesen Versuchen folgt, daß Mangandioxyd — trotz der günstigen Verbrennungskurve — für die C-H-Bestimmung nicht gut geeignet ist. Will man es aber trotzdem verwenden, so darf es nicht über 550° C erhitzt werden.

Experimentelles

Für die Versuche wurde eine C-H-Apparatur benützt, die mit einer Gasbürette (zur Abmessung von Methan) verbunden war. Die als Rohrfüllung verwendeten Oxydpräparate wurden nach den früheren Angaben[3] hergestellt. Chromoxyd wurde durch Zersetzen von Ammoniumdichromat dargestellt. Von jedem Präparat wurde eine 2,5 cm lange Schicht benützt; nur beim Versuch der Abb. 2, Ziffer 3 bestand die Rohrfüllung aus 49 mg Co_3O_4, das gleichmäßig auf eine 2,5 cm lange Schicht Quarzsplitter verteilt war.

Zuerst desaktivierten wir das Präparat, indem wir es $^1/_2$ Std auf die in den Abbildungen angegebene Desaktivierungstemperatur erhitzten. Anschließend bestimmten wir seine Oxydationsleistung bei 400°C (Abb. 2) bzw. 500°C (Abb. 1 und 3): hierzu setzten wir dem Spülgas (Sauerstoff, 4 ml/min) etwa 4 ml Methan zu und ermittelten die entstandene Kohlendioxydmenge.

Zusammenfassung

In der vorliegenden Arbeit haben wir gefunden, daß die Wirksamkeit von Oxydationsschichten, die in Sauerstoff-Atmosphäre erhitzt werden, nicht konstant bleibt, sondern allmählich abnimmt. Diese Leistungsabnahme (Desaktivierung) ist auf eine Sinterung des Oxyds zurückzuführen, bei der die wirksame Oberfläche zusammenschrumpft. Das Ausmaß der Leistungsabnahme hängt von der primär vorhandenen Oxydoberfläche ab: Präparate mit anfänglich großer Oberfläche (feinkörnige Präparate) sind auch nach der Desaktivierung leistungsfähiger als Präparate mit primär kleiner Oberfläche nach derselben Vorbehandlung.

Es wird auch gezeigt, daß für die Beurteilung eines Oxydpräparates nicht nur die Verbrennungskurve, sondern auch die Desaktivierungskurve herangezogen werden muß; denn die Verbrennungskurve gibt nur die Oxydationsleistung bei der erstmaligen Verwendung wieder, während die Desaktivierungskurve Aufschluß über den Leistungsabfall bei längerem Gebrauch gibt. Nach dieser Beurteilung sind die derzeit besten Präparate: gefälltes Kobaltoxyd, gefälltes Kupferoxyd und Chromoxyd. Beschränkt geeignet ist hingegen gefälltes Mangandioxyd.

Literatur

[1] Gmelin: Handbuch der anorganischen Chemie, System Nr. 60, Teil B, Lieferung 1, Verlag Chemie: 1958. S. 24. — [2] Kainz, G., u. H. Horwatitsch: diese Z. **176**, 17 (1960). — [3] Kainz, G., u. H. Horwatitsch: diese Z. **177**, 321 (1960). — [4] Kainz, G., u. H. Horwatitsch: diese Z. **177**, 344 (1960).

Univ.-Dozent Dr. Gerald Kainz,
Analyt. Institut der Universität, Wien IX (Österreich), Währingerstr. 38

Aus dem Institut für organische Chemie des Chemischen Staatsinstitutes Hamburg

Über einen neuen Nachweis von Chlorpikrin

Von

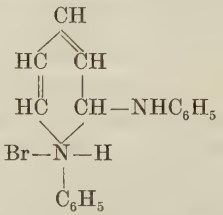
H. Daecke und R. Kraul

(Eingegangen am 12. September 1960)

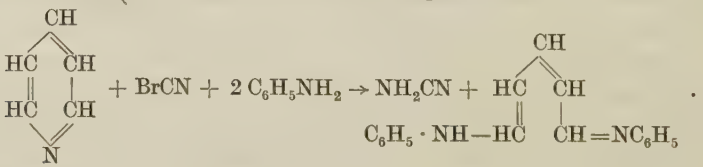
Chlorpikrin gewinnt als Bodenentseuchungs- und Begasungsmittel zunehmend an Bedeutung. In den letzten Jahren wurde es wegen seiner nematiciden[3,5,9], fungiciden[2,14,15,17], baktericiden[6] und herbiciden[7,8,15] Wirkung häufig untersucht und verwendet. Auch zeigen die mit Chlorpikrin behandelten Böden eine starke Wuchsanregung und in vielen Fällen auch eine deutliche Vorverlegung von Blüte und Fruchtreife[5]. Ferner wird Chlorpikrin häufig anderen geruchlosen Schädlingsbekämpfungsmitteln (wie z. B. Methylbromid) als Warnstoff zugesetzt[3,13]. Verff. halten es daher für angezeigt, einen einfachen und empfindlichen Nachweis von Chlorpikrin mitzuteilen, den sie bereits vor einer Reihe von Jahren entwickelt, aber aus verschiedenen Gründen nicht veröffentlicht haben.

Der im folgenden beschriebene Nachweis von Chlorpikrin beruht 1. auf dem bekannten Nachweis von Pyridin mit Bromcyan und Anilin, 2. auf der Umwandlung von Chlorpikrin in Bromcyan.

Bereits 1904 beschrieb W. König[10] eine Klasse von Farbstoffen, die sich vom Pyridin ableiten. Darunter befand sich ein intensiv orangefarbener Farbstoff, der sich durch Reaktion von Pyridin mit Bromcyan und Anilin bildet. Eine Konstitutionsermittlung ergab, daß es sich um α-Anilido-phenyl-dihydropyridiniumbromid von der Formel



handelt. Nach W. Kulikow u. T. N. Krestowosdwigenskaja[11] soll aber die Reaktion auf folgender Umsetzung beruhen:



Es bildet sich also ein Derivat des Glutaconaldehyds.

Auf der Bildung dieses Farbstoffs beruht ein Nachweis kleiner Mengen von Pyridin, der zuerst von A. Goris u. A. Larsonneau[4] und fast gleichzeitig von F. Lehner[12] mitgeteilt wurde.

Die erwähnte orangefarbene Substanz kann umgekehrt auch zum *Nachweis von Bromcyan* benutzt werden. Nach T. Shimidzu[16] erhält man bei Einwirkung von Bromcyan auf Pyridin in alkoholischer Lösung eine rotbraune Färbung und Abscheidung weißer Kristalle. In charakteristischer Weise kann man diese *Reaktion modifizieren*, wenn man sie als *Tüpfelreaktion* ausführt. Bringt man auf Filtrierpapier einen Tropfen Pyridin, und dann auf dieselbe Stelle einen Tropfen einer Lösung von Bromcyan in Diäthyläther, so erhält man zunächst eine rotbraune Färbung, die — offenbar durch Oxydation infolge der feinen Verteilung des Bromcyans auf dem Papier — in ein intensives Violett übergeht. Fügt man nun aber noch Anilin hinzu, so tritt bald eine leuchtend orange Färbung auf, die mit der Zeit immer intensiver wird und einen charakteristischen Nachweis von Bromcyan darstellt. Wegen der leichten Veränderlichkeit des Anilins benutzt man statt dessen besser Anilinhydrochlorid.

Da es nun möglich ist, das Chlorpikrin sehr leicht in Bromcyan überzuführen, kann dieser Nachweis von Bromcyan auch zur Feststellung von Chlorpikrin benutzt werden.

Zunächst wird das Chlorpikrin durch Kaliumbromid bereits bei gewöhnlicher Temperatur schnell zersetzt und bildet dabei u. a. Brompikrin. Dieses läßt sich dann ebenso leicht in alkoholischer Lösung mit Kaliumcyanid in Bromcyan umwandeln, wobei als Nebenprodukt Tetradinitrokaliumäthan auftritt.

Herstellung des Reagenses

Man bereitet sich zweckmäßig drei Lösungen, die jede für sich beliebig lange haltbar sind:

I. Eine Mischung von gleichen Teilen einer 10%igen *Kaliumbromid-* und einer 10%igen *Kaliumcyanid*lösung in 60%igem Äthanol. Dazu löst man 10 g Kaliumbromid bzw. Kaliumcyanid jeweils in 40 ml dest. Wasser und fügt jedesmal 60 ml abs. Äthanol hinzu.

II. *Pyridin.*

III. Eine 10%ige wäßrige *Anilinhydrochloridlösung.*

Je nach der Art des Nachweises können diese drei Lösungen im Verhältnis 2:1:1 zusammengemischt oder auch einzeln nacheinander, aber auch dann etwa im selben Verhältnis, verwendet werden.

Nachweis des Chlorpikrins

a) Beim *Nachweis des Chlorpikrins in der Luft* wird diese durch eine *Waschflasche* mit dem Reagens hindurchgesogen. Selbst geringste Spuren Chlorpikrin werden so nach wenigen Sekunden durch eine Gelbfärbung des farblosen Reagenses angezeigt. Diese Gelbfärbung geht nach kurzer Zeit — bei nicht zu geringen Konzentrationen schon in einer Minute — in ein tiefes Orange bis Rot über.

b) Ohne Waschflasche läßt sich das *Chlorpikrin in der Luft* mit einem *Filtrierpapier* nachweisen, auf das man mehrere Tropfen des Reagenses geträufelt hat. Bei

Anwesenheit von nur geringen Mengen Chlorpikrin wird das Papier vom Rande des Tüpfels her gelb bis orange gefärbt. Dabei vertieft sich die Farbe in dem Maße, wie die Lösungsmittel des Reagensgemisches verdunsten.

c) Soll das *Chlorpikrin in einer Probe* (*Erde* usw.) nachgewiesen werden, so wird es daraus mit Diäthyläther ausgezogen. Man benutzt die Ätherlösung und führt den Nachweis als Tüpfelreaktion auf Filtrierpapier. Auf das Papier gibt man 2 Tropfen der Lösung I, läßt einziehen, dann darauf 1 Tropfen der Lösung II und läßt wieder einziehen. Auf die noch feuchte Stelle bringt man einen — oder bei sehr geringen Konzentrationen mehrere — Tropfen der ätherischen Chlorpikrinlösung auf. Es bildet sich ein gelbbrauner Fleck mit gelbem Rand. Gibt man nun auf den gelbbraunen Fleck einen Tropfen von Lösung III, so wird der Fleck intensiv orange.

Empfindlichkeit des Reagenses

Das genannte Reagens ist etwa 30mal so empfindlich wie das ursprünglich zum Nachweis von Chlorpikrin verwendete Dimethylanilin, mit dem noch 10 μg Chlorpikrin je Milliliter Luft angezeigt werden[1]. Mit dem obengenannten Reagens lassen sich also 0,3—0,4 μg/ml Luft nachweisen. Die Empfindlichkeit erreicht demnach die anderer in neuerer Zeit angegebener Reagentien auf Chlorpikrin, bzw. übertrifft sie. Dabei ist der beschriebene Nachweis sehr einfach.

Literatur

[1] Deckert, W., u. B. Prathithavanija: diese Z. **113**, 182 (1938). — [2] Domsch, K. H.: Z. Pflanzenkrankh. Pflanzenschutz **65**, 385 (1958). — [3] Goffart, H.: Nachrichtenbl. dtsch. Pflanzenschutzdienst **9**, 75 (1957). — [4] Goris, A., u. A. Larsonneau: Bull. Sci. pharmacol. **28**, 497 (1921). — [5] Hähne, H.: Angew. Chem. **67**, 83 (1955). — [6] Hähne, H.: Mitt. biol. Bundesanst. Land- u. Forstwirtsch. **83**, 53 (1955). — [7] Hähne, H.: Z. Pflanzenkrankh. Pflanzenschutz **62**, 612 (1955). — [8] Jacks, H.: New Zealand J. Sci. Technol., Sect. A **34**, 487 (1953). — [9] Jefremenco. W. P.: Pflanzenschutz (russ.) **3**, 45 (1958). — [10] König, W.: J. prakt. Chem. **69**, 105 (1904). — [11] Kulikow, J. W., u. T. N. Krestowosdwigenskaja: diese Z. **79**, 452 (1930). — [12] Lehner, F.: Chemiker-Ztg. **46**, 877 (1922); vgl. diese Z. **65**, 378 (1924/25). — [13] Mathlein, R.: Statens Växtskyddsanst., Växtskyddsnotiser **1954**, 30. — [14] Meyneke, C. A. R.: Angew. Chem. **67**, 83 (1955). — [15] Segall, R. H., u. L. Lopez-Matos: J. agric. Univ. Puerto Rico **40**, 62 (1956). — [16] Shimidzu, T.: J. pharmac. Soc. Japan **538**, 107 (1926). — [17] Wilhelm, St., u. E. C. Koch: Calif. Agric. **10**, 3 (1956).

Dr. R. Kraul, Chem. Staatsinstitut, Organisches Institut der Universität Hamburg, Hamburg 36, Jungiusstraße 9
Dr. H. Daecke, Hamburg-Fu, Am Hasenberge 37

From the Chemical Laboratories, University of Allahabad, Allahabad, India

Complexometric Determination of Thorium using Sulphodichlorohydroxy Dimethyl Fuchson Dicarboxylic Acid (Trisodium Salt) as an Indicator

By
Satendra Prasad Sangal and Arun K. Dey

(Received September 12, 1960)

Srivastava and Dey[6] have observed the formation of a violet coloured chelate between thorium and sulphodichlorohydroxydimethylfuchson dicarboxylic acid (trisodium salt) with a λ_{max} at 550 nm. It was considered to be of interest to attempt the utility of the chromophoric reagent as a metal indicator in the complexometric determination of thorium by titration against ethylenediaminetetraacetic acid (disodium salt). It may, however, be mentioned that the use of this reagent, commonly known as *Chrome Azurol S*, in complexometric titrations of thorium was suggested by Fritz and Ford[2] but details were not given. Banks and Edwards[1] used the reagent for the spectrophotometric determination of the end point. Malát and Tenorová[4] employed it for the determination of thorium. The chelate formation has also been taken advantage of, in the colorimetric determination of thorium by Sinha and Dey[5].

In view of the interest of these laboratories in the analytical applications of sulphodichlorohydroxy dimethylfuchson dicarboxylic acid, the present work was undertaken to work out in detail, conditions for the complexometric determination of thorium, using the reagent as an indicator.

Experimental

Reagents and Apparatus

Sulphodichlorohydroxy Dimethylfuchson Dicarboxylic Acid (Trisodium Salt). 0.001 M aqueous solution was prepared by dissolving 0.6052 g of reagent (B.D.H. adsorption indicator) in 1000 ml.

Thorium Chloride Solution. An approximate 0.2 M stock solution of B.D.H. Analar thorium chloride was prepared by dissolving about 39 g of $ThCl_4 \cdot H_2O$ in 500 ml of water. The solution was standardised by precipitating thorium as oxalate in 4% HCl solution and after igniting weighed as ThO_2 and an exact solution of 0.1 M thorium chloride was prepared by suitable dilution.

Ethylenediaminetetraacetic Acid Solution. 0.1 M EDTA solution was prepared by dissolving 18.6126 g of EDTA (disodium salt) in 500 ml, and the concentration was checked by titrating against a primary standard solution of calcium chloride using the procedure described by Goetz, Loomis and Diehl[3].

Solutions of Foreign Ions. 0.1 M solutions of different chemicals, were prepared either by direct weighing or by standardising the solutions by the usual methods.

Apparatus Used. A micro-burette with a least count of 0.02 ml was used for measuring the solutions. p_H measurements were done using L & N p_H indicator operated on 220 V/50 cycles *a. c.* mains, with a glass calomel electrode system supplied by the same manufacturer.

Observations

Concentration of Indicator. The colour change at the end point is from violet to golden yellow. In order to find out whether the concentration of the indicator solution has any effect on the titre value, titrations were carried out with different amounts of indicator solutions. It was seen that although the titre values were not appreciably affected by the concentration of the reagent, the best results i.e., those giving sharp end points were obtained with 0.1 ml (2 drops) of 0.001 M (0.06%) solution of the reagent per 5 ml volume of 0.02 M thorium chloride.

Effect of Dilution. Titrations were carried out with solutions of different molarity and it was found that the titration of thorium against EDTA or vice versa is possible upto 0.01 M of both solutions; with more dilute solutions the end point is not very sharp.

Effect of Temperature. Titrations were carried out at different temperatures ranging from 0° C to 100° C and it was found that the effect of temperature is negligible on the titre values.

Effect of p_H. Titrations were carried out at different p_H values and the observations are given in Table 1.

Table 1. *Effect of p_H in the Titration of Thorium(IV) with EDTA*
Thorium taken = 0.0464 g

p_H	1.0	1.2	1.55	1.6	2.6	2.9	3.0	3.2	3.4
0.02 M EDTA soln. ml	9.4	9.7	9.9	10.0	10.0	10.0	10.0	11.0	turbidity occurs
Th found g	0.0436	0.0450	0.0458	0.0464	0.0464	0.0464	0.0464	0.0510	

It is thus concluded that titrations are best performed between the p_H range of 2.0 to 3.0, since at p_H below 2.0, the colour of the chelate is not as intense and often the end point is difficult to judge.

Recommended Procedure

A measured quantity of thorium chloride was taken in a 250 ml flask, the p_H of the solution was adjusted to 2.5 and two drops of 0.06% indicator solution were added. The solution was now titrated with standard EDTA solution run in from the burette with constant agitation of the flask, until the colour changes from violet to golden yellow. The amount of thorium present was determined as $\text{Th (g)} = 0.2321 \cdot V \cdot M$, where V is the volume and M is the molarity of the versene solution.

With a view to getting a better end point, the titration was continued slightly beyond the end point and the measured excess of added EDTA was titrated back with a standard thorium solution to the end point with a colour change in the reverse direction. As the colour change was now from golden yellow to violet the end point is more distinct and this gave better results. A blank was also performed for comparison purposes. From the total thorium present and the amount of excess thorium added during the back titration, the amount of thorium originally taken could be determined: Th found (g) = Th total $- 0.2321 \cdot V' \cdot M'$ where V' and M' are the volume and molarity of the standard thorium chloride solution.

Typical Results

In order to compare the results and examine the suitability of these methods titrations with known solutions using Chrome Azurol S were carried out and the results are shown in Table 2.

Table 2. *Titration of $ThCl_4$ with EDTA using Chrome Azurol S as Indicator*

Th taken g	0.02 M EDTA soln. ml	0.02 M EDTA soln. added beyond end point ml	0.01 M $ThCl_4$ soln. ml	Th found g	Difference g
0.1160	24.95	2.00	4.00	0.1158	− 0.0002
0.0696	15.02	4.00	8.00	0.0697	+ 0.0001
0.0928	20.00	3.00	6.00	0.0928	nil
0.0232	5.02	1.00	2.00	0.0233	+ 0.0001
0.1392	30.02	2.50	5.00	0.1393	+ 0.0001
0.0556	12.00	6.00	12.00	0.0556	nil
0.0464	10.00	5.00	10.00	0.0464	nil

Interference of Foreign Ions

Interferences due to certain ions in the titrations of thorium with EDTA are mainly due to the formation of coloured or insoluble metal complexes with the metal indicator. The effect of large number of ions has been studied. For finding the interferences of these ions 5 ml of 0.02 M thorium chloride were titrated in the presence of equimolar amounts of various cations and anions directly against EDTA. The results are shown in Table 3.

From this table it is obvious that a number of foreign ions interfere in the titrations, while alkali metals, alkaline earths, silver, zinc, mercury, manganese and ammonium ions do not interfere. Methods for the elimination of interfering ions are being worked out.

Acknowledgment. The authors are thankful to the Council of Scientific and Industrial Research, India, for the award of a Fellowship to one of them (S. P. S.).

Summary

Details of the use of sulphodichlorohydroxydimethylfuchson dicarboxylic acid (trisodium salt) as an indicator in the titration of thorium(IV) against EDTA have been worked out. Two drops of 0.06% solution of

Table 3. *Interference by Foreign Ions in Th^{IV}—EDTA Titrations*
Thorium taken in each case = 23.20 mg
0.02 M EDTA soln. equivalent to the thorium taken = 5.00 ml

Ion	Added as	Amount mg	0.02 M EDTA soln. required ml	Remarks
Na^+	$NaNO_3$	2.30	5.12	No interference
K^+	K_2SO_4	7.80	5.00	No interference
Li^+	$LiNO_3$	0.69	5.14	No interference
Cu^{2+}	$CuSO_4 \cdot 5\,H_2O$	6.35		Interference
Ag^{+}*	$AgNO_3$	10.78	5.05	No interference
Be^{2+}	$BeSO_4$	0.90		Interference
Mg^{2+}	$MgSO_4$	2.43		Interference
Ca^{2+}	$CaCl_2$	4.00	4.96	No interference
Sr^{2+}	$SrCl_2$	8.76	4.98	No interference
Ba^{2+}	$BaCl_2$	13.73	4.98	No interference
Zn^{2+}	$ZnCl_2$	6.53	5.02	No interference
Cd^{2+}	$CdSO_4$	11.24		Interference
Hg^{2+}	$HgCl_2$	20.06	5.02	No interference
Al^{3+}	$Al_2(SO_4)_3$	5.38		Interference
Sn^{4+}	$SnCl_4$	11.87		Interference
Sn^{2+}	$SnCl_2$	11.87		Interference
Pb^{2+}*	$Pb(NO_3)_2$	20.72		Interference
V^{5+}	NH_4VO_3	5.09		Interference
As^{3+}	H_3AsO_3	7.49		Interference
Sb^{3+}	$SbCl_3$	12.17		Interference
Bi^{3+}	$Bi(NO_3)_3$	20.90		Interference
Ti^{4+}	$TiCl_4$	4.79		Interference
Zr^{4+}	$ZrOCl_2$	9.12		Interference
Cr^{6+}	K_2CrO_4	5.20		Interference
Mo^{6+}	$(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4\,H_2O$	67.20		Interference
W^{6+}	$Na_2WO_4 \cdot 2\,H_2O$	18.38		Interference
Mn^{2+}	$MnSO_4$	5.49	5.02	No interference
UO_2^{2+}	UO_2SO_4	27.00		Interference
Ce^{4+}	$Ce(SO_4)_4$	14.01		Interference
NH_4^+	NH_4Cl	1.80	5.0	No interference
Fe^{2+}	$FeSO_4 \cdot (NH_4)_2SO_4 \cdot 6\,H_2O$	5.58		Interference
Fe^{3+}	$FeCl_3$	5.58		Interference
Co^{2+}	$Co(NO_3)_2$	5.89		Interference
Ni^{2+}	$Ni(SO_4)_2$	5.87		Interference
Cit^{3-}	Na_3Cit	20.70		Interference
$Tart^{2-}$	Na_2Tart	14.80		Interference
F^-	NaF	1.90		Interference
CH_3COO^-	$NaCOOCH_3$	5.90		Interference

* Thorium nitrate use dinstead of thorium chloride.

the indicator have been found suitable for titrations per 5 ml of 0.02 M thorium salt solution. The end point is sensitive upto 0.01 M solutions. The suitable p_H of the thorium solution is 2.5 and the titration is possible over a wide range of temperature (0° C to 100° C). The interference by

a large number of added ions has been studied and it has been observed that the alkali metals, alkaline earths, silver, zinc, mercury, manganese and ammonium do not interfere.

References

[1] Banks, C. V., and R. E. Edwards: Analyt. Chemistry **27**, 947 (1955); cf. Z. analyt. Chem. **152**, 281 (1956). — [2] Fritz, J. J., and J. J. Ford: Analyt. Chemistry **25**, 1640 (1953); cf. Z. analyt. Chem. **143**, 215 (1954). — [3] Goetz, C. A., T. C. Loomis and H. Diehl: Analyt. Chemistry **22**, 798 (1950); cf. Z. analyt. Chem. **132**, 442 (1951). — [4] Malát, M., and M. Tenorová: Chem. Listy **51**, 2135 (1957); cf. Z. analyt. Chem. **163**, 129 (1958). — [5] Sinha, S. N., and A. K. Dey: unpublished work. — [6] Srivastava, S. C., and A. K. Dey: Doctoral Thesis by Srivastava, Allahabad (1960).

Dr. Arun K. Dey, Department of Chemistry, University of Allahabad, Allahabad (India)

Laboratorio da Produção Mineral, Ministerio da Agricultura, Rio de Janeiro, Brazil

Contributions to Organic Spot Test Analysis

By

F. Feigl, D. Goldstein and **D. Haguenauer-Castro**

(Translated by Ralph E. Oesper, University of Cincinnati)

(Received September 17, 1960)

Although more than 600 spot tests are now available in qualitative organic analysis[8], the enormous number of organic compounds and particularly the multifarious microanalytical problems in which preparative organic chemistry, the biological sciences, the study of natural products, food chemistry, etc. are keenly interested demand a further extension of organic spot test analysis and a broadening of its field of application. Efforts to meet these needs have the following objectives: (a) the discovery of the greatest possible number and variety of spot tests, which are still lacking for the detection of organic compounds and the functional (more correctly the chemically reactive) groups they contain; (b) the improvement of tests that are already known and the development of new tests of various sensitivities and selectivities for the reliable solution of the problems noted in (a); and (c) the extensive use of spot reactions for purposes of material testing, the identification of pharmaceutical products, etc.

Though logical, it has been found inadequate to reach these goals by merely considering macro and micro tests that are already known. Their number is slight in comparison with the host of analytical problems requiring solution, and furthermore it should be noted that a mere adaptation

of tests by no means is always successful when translated into the working methods of spot test analysis. Consequently, the search for new micro-, semimicro- and ultramicro tests, with satisfactory sensitivities, is indispensable. Work along these lines is no longer restricted to empirical trials, since the application of the findings and concepts of the chemistry of specific, selective and sensitive reactions[6], which has contributed so much to the development of inorganic spot test analysis, is likewise of great value in research studies in the field of organic spot testing[8b]. Such studies include, among others, the search for and the utilization of reaction possibilities of organic compounds with inorganic and organic reactants in both the wet and dry ways, as well as thermal decomposition-, condensation- and redox reactions, which yield products that are readily detected and that are characteristic for definite starting materials. Instructive examples are provided by the tests given in this paper. They are based in part on reactions that were hitherto unknown and hence possess didactically interesting reactions of organic compounds.

I. Detection of Hexamethylenetetramine by Pyrohydrolysis

The hydrolytic cleaving of hexamethylenetetramine (hexamine):

$$(CH_2)_6N_4 + 6\,H_2O \rightarrow 6\,CH_2O + 4\,NH_3$$

can be accomplished not only in the wet way by warming with dilute acids, but also by dry heating with inorganic and organic compounds which hereby splitt off water. This kind of hydrolysis belongs in the category of pyrohydrolyses[5]. If manganous sulfate, which loses it water of hydration in the temperature range 140—180° C[3a], is used as the water-donor, the acid-independent hydrolysis as shown in the above equation is readily observable through the resulting formaldehyde and ammonia. The presence of the latter materials in the gas phase is revealed with high sensitivity by means of Nessler's reagent which gives a brown stain containing black finely divided metallic mercury and brown $HgI_2 \cdot HgINH_2$ respectively. If oxylic acid dihydrate is used, which gives up its water of crystallization at 110—180° C, the distinct release of formaldehyde begins as low as 120° C. The concurrent release of ammonia through the pyrohydrolysis is followed immediately by the formation of ammonium oxalate and accordingly the ammonia is removed.

Procedure. A little of the sample or the evaporation residue from a drop of the test solution is mixed in a micro test tube with about 1 cg oxalic acid dihydrate. The test tube is placed in a glycerol bath that has been pre-heated to 120° C and the temperature is then raised to 180° C. The mouth of the test tube is covered with a disk of filter paper moistened with Nessler's solution. If hexamethylenetetramine is present, a black or grey stain appears on the paper within 1—2 minutes.

Limit of Identification: 5 μg hexamethylenetetramine.

It should be noted that the pyrohydrolysis of hexamethylenetetramine can be used also as a preliminary test for compounds which split off water when heated to 180° C[9]. This upper temperature limit is fundamental to prevent a partial sublimation of the hexamethylenetetramine, which in contact with the moist reagent paper yields formaldehyde and ammonia by hydrolysis and consequently reacts with the Nessler's solution.

II. Detection of Hexamine by Sintering with Ammonium Chloride

When a mixture of hexamine (hexamethylenetetramine) and ammonium chloride is heated to temperatures above 250° C, the resulting vapors react with filter paper moistened with 2,4-dinitrochlorobenzene to give a yellow stain which is resistant to dilute acetic acid. This color reaction, which is based on the formation of N-alkylated derivatives of 2,4-dinitroaniline, is characteristic for aliphatic amines[17]. The formation of such amines in the sintering of ammonium chloride with hexamethylamine probably is due to the reaction of the latter in its trialkylamine form[14]:

$$N(CH_2NCH_2)_3 + NH_4Cl \rightarrow NH(CH_2NCH_2)_2 + CH_2NCH_2NH_2 \cdot HCl.$$

The reactivity of hexamine in its trialkylamine form was proved by Duff[3] in the orthoformylation of phenols, which has been used in spot test analysis for the detection of phenols[10].

A mixture of ammonium chloride and zinc is recommended when it is desired to use the above reaction for analytical purposes. The base of the chloride is set free and released along with hydrogen resulting from the reaction of the ammonium chloride with the zinc.

Procedure. A little of the sample or a drop of its solution in an organic liquid is mixed in a micro test tube with about 1 cg each of zinc dust and ammonium chloride. The mixture is taken to dryness if necessary. The tube is fixed in an asbestos support and its mouth is covered with a disk of filter paper impregnated with a 1% ether solution of 2,4-dinitrochlorobenzene. The heating occurs over a free flame. A yellow stain appears on the paper if the response is positive. The color is not discharged by bathing in 2 N acetic acid.

Limit of Identification: 10 μg hexamethylenetetramine.

III. Detection of Hexamine through Pyrooxidation

Because of the rapid hydrolysis, only the hydrolysis products will be involved when aqueous solutions of hexamine are treated with oxidants. Accordingly, experiments were made to determine whether a direct oxidation of hexamine occurs in the absence of water when hexamine is melted or sintered along with an appropriate oxidant. Redox reactions might occur in such cases which might be represented by the following net equations:

$$(CH_2)_6N_4 + 6\,O \rightarrow 6\,CH_2O + 2\,N_2 \quad (1)$$

$$(CH_2)_6N_4 + 12\,O \rightarrow 6\,CO_2 + 4\,NH_3. \quad (2)$$

Trials of the behavior of hexamine on dry heating with benzoyl peroxide (mp 108° C) and also with manganese- and lead dioxide showed that the above redox reactions do occur; they provide a new test for hexamine (Procedures I and II). The oxidative decomposition as per equation (1) occurs with benzoyl peroxide, while manganese- or lead dioxide reacts in accord with equation (2), the ammonia and formaldehyde being revealed with Nessler's reagent.

Procedure I. A little of the sample or a drop of its solution in chloroform is placed in a micro test tube; 3 drops of a 5% solution of benzoyl peroxide in benzene are added, and the mouth of the test tube is covered with a disk of filter paper moistened with Nessler reagent. The test tube is immersed to $^3/_4$ of its length in a glycerol bath that has been preheated to 100° C. The temperature may be raised to 130° C without danger of explosion. The redox reaction (1) starts even during the evaporation of the solvents. A positive response is indicated by the development of a grey or black stain on the reagent paper.

Limit of Identification: 20 μg hexamine.

Procedure II. A little of the solid or a drop of its solution in chloroform is placed in a micro test tube along with several cg of lead peroxide; a disk of acid-base indicator paper is placed over the mouth of the test tube. The latter is then placed (0.5—1 cm deep) in a glycerol bath that has been preheated to 170° C. A change in color of the indicator paper shows the positive outcome of the test; the change occurs within 1—3 minutes. The ammonia may also be revealed by a disk of filter paper moistened with Nessler's reagent; a brown or yellow stain appears.

Limit of Identification: 20 μg hexamine.

Procedures I and II may be applied to the detection of hexamine salts with organic acids (camphorate, mandelate, salicylate) which are used in medicine.

IV. Detection of Benzoyl Peroxide through Pyrooxidation of Hexamine

The redox reaction between benzoyl peroxide and hexamine (see above) may likewise be used for the detection of benzoyl peroxide. Procedure I is employed and it is applied to a mixture of several cg of hexamine and a drop of the solution (benzene as solvent).

Limit of identification: 10 μg benzoyl peroxide

V. Detection of Triphenylphosphine (-arsine, -stibine, -bismuthine)

If a colorless solution of triphenylphosphine in chloroform or benzene or carbon disulfide is treated with a violet solution of iodine (in the same solvent) added drop by drop, the color is discharged and is succeeded by a yellow as more of the reagent is dropped in. The initial product is probably triphenylphosphonium iodide, which then yields the polyiodide, which dissolves in chloroform etc. to give a yellow solution:

$$(C_6H_5)_3P + 2\,I \rightarrow (C_6H_5)_3PI_2$$
$$(C_6H_5)_3PI_2 + x\,I_2 \rightarrow (C_6H_5)_3PI_2 \cdot x\,I_2.$$

If a drop of the yellow solution, which contains excess iodine, is placed on filter paper, the solvent and the finely divided iodine volatilize, and a yellow or brown stain is left. Its color depends on the amount of triphenylphosphine involved. The color lightens or fades completely on standing in the air because of loss of iodine by the polyiodide. However, the color can be restored by spotting the area with iodine solution. The polyiodide of triphenylphosphonium iodide is likewise formed by the action of iodine vapor on solid triphenylphosphine.

Triphenylarsine, -stibine, and -bismuthine behave like triphenylphosphine.

Procedure. A drop of the test material in ether, chloroform, benzene, etc., is placed on filter paper. The area is exposed to iodine vapor generated by warming dry iodine in a small beaker. If triphenylphosphine (-arsine, etc.) is present, a brown or yellow stain appears at once.

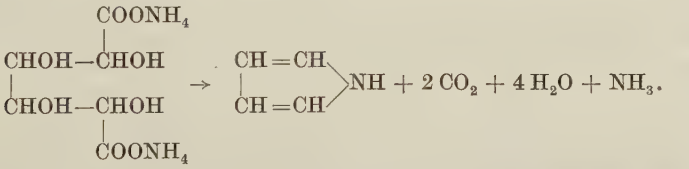
Limits of Identification: 2.5 μg triphenylphosphine; 3 μg triphenylstibine; 2.5 μg triphenylarsine; 5 μg triphenylbismuthine.

When conducting the test it should be noted that certain organic bases yield brown polyiodides. When examining unknown mixtures, it is well to suspend the test material in dilute sulfuric acid and then to extract the suspension with chloroform, benzene, etc. The bases remain in the water layer as sulfates.

It is remarkable that the stable triphenylphosphonium compounds $(C_6H_5)_3PR \cdot Hal$ show the same behavior toward iodine vapors as triphenylphosphine[16].

VI. Detection of Mucic Acid through Pyrolytic Formation of Pyrrole

Dry distillation of ammonium mucate yields pyrrole, pyrrol-d-carboxylic acid, carbon dioxide and water[2]. The production of pyrrole may possibly be represented by the net reaction:



The formation of ammonium mucate and its decomposition as given above can be accomplished in simple fashion by melting or sintering mucic acid along with urea (or better biuret) at 170—180° C. Both of the latter compounds can function as NH_3-donor and local overheatings, which occur in the dry distillation, are avoided in this method of procedure. The pyrrole which results during the pyrolysis can be sensitively detected through the familiar color reaction with *p*-dimethylaminobenzaldehyde[11].

Procedure. A micro test tube is used. A little of the solid sample or a drop of the test solution is mixed with several mg of biuret and taken to dryness if need be. The mouth of the test tube is covered with a disk of filter paper moistened with a benzene solution of *p*-dimethylaminobenzaldehyde and trichloroacetic acid. The test tube is placed in a glycerol bath which has been preheated to 130° C and the temperature is then raised to 180° C. A violet stain appears on the paper if the response is positive.

Limit of Identification: 1 μg mucic acid.

The test described here may be used for the indirect detection of various sugars (dulcitol, galactose, quercitol, etc.) and also vegetable products which yield mucic acid when oxidized with nitric acid or on hydrolysis.

VII. Detection of Salts of Cyclohexanesulfamic Acid

The water-soluble alkali- and alkaline earth salts of cyclohexanesulfamic acid (N-cyclohexylsulfamic acid) are widely used as non-caloric sweetening agents in place of saccharin. The more widely known sodium salt has the trade name Cyclamate sodium or Sucaryl sodium. It is 30—50 times as sweet as sugar and leaves no bitter after-taste.

The starting point in the development of the following test for cyclohexylsulfamic acid was the expectation that this compound would behave analogously to the parent sulfamic acid which was known to be deaminated by nitrous acid:

$$NH_2SO_3H + NHO_2 \rightarrow H_2SO_4 + H_2O + N_2\,. \qquad (1)$$

The above reaction has been used by Baumgarten and Markgraf[1] for the detection and gravimetric determination of nitrous acid. Similarly, a spot test for sulfamic acid was worked out[7] based on the precipitation of $BaSO_4$ from the sulfate ions formed in accord with equation (1). It was found that a precipitate of barium sulfate occurred when an alkali nitrite was added to a solution of the alkali salts of cyclohexylsulfamic acid that had been acidified with hydrochloric acid and also contained barium chloride. Accordingly, a deamination occurs analogous to the one shown in equation (1):

$$C_6H_{11}NHSO_3H + HNO_2 + Ba^{2+} \rightarrow BaSO_4 + N_2 + 2\,H^+ + C_6H_{11}OH. \qquad (2)$$

The realization of reaction (2) has made possible the following test for cyclohexylsulfamic acid.

Procedure. A tiny portion of the solid or a drop of its aqueous solution is mixed in a micro test tube with several drops of a 1% solution of barium chloride in 2 N hydrochloric acid. A small crystal of sodium nitrite is introduced and the mixture is warmed slightly. A white precipitate or turbidity indicates a positive response.

Limit of Identification: 5 μg Sucaryl.

It may be assumed that alkyl- and arylsulfamic acids in general will behave in the same way as cyclohexylsulfamic acid.

VIII. Detection of Hippuric Acid and Derivates through Pyrolytic Formation of Glycine

If hippuric acid (benzoyl glycine) is heated along with manganous sulfate monohydrate to 150—180° C, the following pyrolysis occurs:

$$C_6H_5CONHCH_2COOH + H_2O \rightarrow C_6H_5COOH + NH_2CH_2COOH\,.$$

If the resulting glycine is treated with alkali hypohalogenite it undergoes the deamination that is characteristic of α-amino acids and which is used in their determination[12]. This deamination leads to an aldehyde containing 1 carbon atom less. Accordingly, glycine yields formaldehyde:

$$NH_2CH_2COOH + NaClO \rightarrow CH_2O + NH_3 + NaCl\,.$$

The formaldehyde may be sensitively detected by the familiar Eegriwe[4] color reaction with chromotropic acid. Consequently, a test for hippuric acid can be obtained by combining the pyrohydrolysis with deamination. It is advisable when deaminating glycine (and other α-amino acids) to use chloramine T in place of alkali hypohalogenite. This substitution cuts down the loss of aldehyde which is seriously oxidized by hypohalogenite.

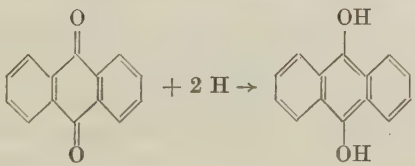
Procedure. A micro test tube is used. Some manganeous sulfate monohydrate is added to one drop of the aqueous test solution and the mixture is taken to dryness. The test tube is placed in a glycerol bath that has been preheated and after about 5 minutes the temperature is raised to 180° C. After cooling, one drop of a 0.5% aqueous solution (freshly prepared) of chloramine T is added and the mixture kept in a hot water bath for 3—5 minutes. The mixture is cooled and treated with 5 drops of concentrated sulfuric acid, and then a pinch of solid chromotropic acid is added. A violet color appears if the response is positive; it appears at once or after warming briefly in a water bath.

Limit of Identification: 12 μg hippuric acid.

Esters and the amide of hippuric acid behave like the parent compound. It is notable that Hippuran (sodium salt of o-iodohippuric acid) which is used as an x-ray opaque medium in urography, can be detected by the procedure just given. The limit of identification is 25 μg. It is thus possible to distinguish this material from all the other iodine-bearing contrast media used in radioscopic diagnosis.

IX. Detection of Anthraquinone and Nuclear Substituted Derivatives through Reduction to Anthrahydroquinone

If a solution or suspension of anthraquinone is warmed with an appropriate hydrogen donor, anthrahydroquinone is formed[13].



The aqueous solution of the alkali salts of anthrahydroquinone is faintly red in the cold but becomes deep red on heating[15]. They are easily reoxidized to anthraquinone in contact with air. However, if an alkaline solution containing an excess of sodium hydrosulfite is used as reductant the autoxidation is inhibited. Accordingly, a sensitive test for anthraquinone has been developed on the basis of heating it with a strongly alkaline solution of sodium hydrosulfite. Derivatives of anthraquinone behave like the parent compound, a fact that is readily observed in the case of colorless or faintly colored derivatives.

Although anthraquinone is but slightly soluble in organic liquids, it is readily sublimed, and the test given here may be applied to the sublimate. Consequently, the anthraquinone can be differentiated from the non-subliming anthraquinone sulfonic acids.

Procedure. A micro test tube is used. A little of the solid or the residue from the evaporation of a drop of the test solution is treated with a drop of 5 N sodium hydroxide and several cg of sodium hydrosulfite. The mixture is heated over a micro flame. A more or less red color appears if the response is positive.

The following were detected: 0.5 μg anthraquinone; 1 μg 1-aminoanthraquinone; 2 μg 2-chloro-3-methylanthraquinone; 1 μg anthraquinone-1-sulfonic acid; 1 μg anthraquinone-2-sulfonic acid; 2 μg anthraquinone-1,5-disulfonic acid; 2 μg anthraquinone-2,6-disulfonic acid; 1 μg 1-nitroanthraquinone-5-sulfonic acid.

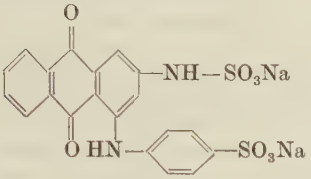
X. Detection of Dyes with Anthraquinone Structure

The test described in IX is not restricted to anthraquinone and its colorless or faintly colored compounds. Polyhydroxyanthraquinones, whose alkaline solutions are intensely colored (mostly violet), are likewise reduced by hydrosulfite to the corresponding anthrahydroquinones. This is easily demonstrated by making a comparison test with dilute alkaline solutions; there is a marked change in color. Color lakes containing hydroxyanthraquinones may also be detected in this same way, since they are broken down into the corresponding alkali salts and metal hydroxide when digested with alkali hydroxide.

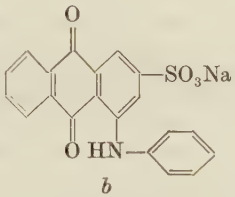
It should be pointed out that acid dyestuffs with anthraquinone structure can be detected by reduction of the anthraquinone component.

Procedure. A drop of the alkaline solution of the dyestuff is placed in a micro test tube and warmed gently with a little solid sodium hydrosulfite ($Na_2S_2O_4$). The color turns red if the response is positive. If there is a large excess of dyestuff in comparison with the sodium hydrosulfite, a reoxidation occurs on contact with the air and the original color returns. In such cases, it is essential to add more hydrosulfite.

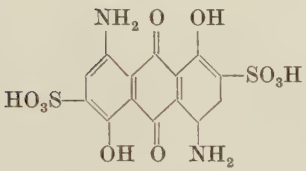
The test revealed. 5 μg Alizurol Blue Black (Chrome Blue Black) (*a*); 25 μg Alizarin Saphirol A (*b*); 0.5 μg Alizarin Saphirol B (*c*); 0.5 μg Alizarin Blue ABI (*d*).



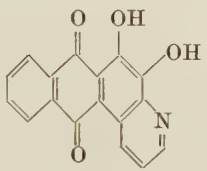
a



b



c



d

Summary

Along with the discussion of their chemical background descriptions have been given of:

1. Detection of hexamine through pyrohydrolytic splitting, which leads to formaldehyde and ammonia.

2. Detection of hexamine through sintering with ammonium chloride whereby volatile aliphatic amines result.

3. Detection of hexamine through pyrooxidation with benzoyl peroxide or lead dioxide with production of formaldehyde and ammonia.

4. Detection of benzoyl peroxide through pyrooxidation of hexamine with production of formaldehyde.

5. Detection of triphenylphosphine (-arsine, -stibine, -bismuthine) through formation of polyiodides.

6. Detection of mucic acid through pyroammonolytic formation of pyrrole.

7. Detection of salts of cyclohexylsulfamic acid through formation of sulfate in deamination with nitrous acid.

8. Detection of hippuric acid and derivatives through pyrohydrolytic formation of glycine.

9. Detection of anthraquinone and nuclear-substituted derivatives by reduction to red anthrahydroquinones with sodium hydrosulfite.

10. Detection of dyestuffs with anthraquinone structure through reduction by hydrosulfite with production of anthrahydroqinone derivatives.

All of these tests may be conducted by means of the technique of spot test analysis and have microanalytical limits of identification.

Acknowledgement. We wish to thank the Conselho Nacional de Pesquisas (Rio de Janeiro) for its support of this study.

References

[1] Baumgarten, E., and J. Markgraf: Ber. dtsch. chem. Ges. **63**, 1019 (1930). — [2] Bell, Ch. H.: Ber. dtsch. chem. Ges. **10**, 1866 (1877). — [3] Duff, J. C.: J. chem. Soc. (London) 547 (1941). — [3a] Duval, Cl.: Inorganic Thermogravimetric Analysis. Amsterdam 1933, pag. 190 — [4] Eegriwe, E.: Z. analyt. Chem. **110**, 22 (1937). — [5] Feigl, F.: Angew. Chem. **70**, 166 (1958); cf. Z. analyt. Chem. **168**, 215 (1959). — [6] Feigl, F.: Chemistry of Specific, Selective and Sensitive Reactions, Academic Press, New York, 1949. — [7] Feigl, F.: Spot Tests in Inorganic Analysis, 5th Edit., New York, 1956, p. 325. — [8] Feigl, F.: Spot Tests in Organic Analysis, 6th Edit., Elsevier, Amsterdam, 1960; b) chapter I.; c) p. 276; d) p. 289. — [9] Feigl, F., and J. R. Amaral: Mikrochim. Acta (Wien) 1960, in press. — [10] Feigl, F., and E. Jungreis: Analyst **83**, 666 (1958); cf. Z. analyt. Chem. **172**, 217 (1960). — [11] Fischer, H., and F. Meyer-Betz: Hoppe-Seylers Z. physiol. Chem. **75**, 232 (1911). — Salkowsky, E.: Biochem. Z. **103**, 185 (1920); see also F. Feigl[8d]. — [12] Frehden, O., and L. Goldschmidt: Mikrochim. Acta (Wien) **2**, 186 (1937). — [13] Grandmougin, E.: Ber. dtsch. chem. Ges. **39**, 3563 (1906). — [14] Lösekann, G.: Chemiker-Ztg. **14**, 1609 (1890). — [15] Meyer, K. H.: Liebigs Ann. Chem. **379**, 43 (1911). — [16] Senise, P.: private communication (Sao Paulo, Brazil). — [17] Smith, F. J., and E. Jones: A Scheme of Qualitative Organic Analysis, London, 1953, p. 110; see also: Staff of Hopkins and Williams Res. Lab., Organic Reagents for Organic Analysis, 1947, p. 50, and F. Feigl[8c].

Prof. Dr. F. Feigl, Avenida Pasteur 404, Rio de Janeiro (Brazil)

Aus den wissenschaftlichen Laboratorien, VEB Jenapharm, Jena

Bestimmung von Selen in Prednison und seinen Derivaten

Von

K. Heller und U. Wagner

(Eingegangen am 26. September 1960)

Bei der Partialsynthese des Prednisons ($\Delta^{1,4}$-Pregnadien-3,11,20-trion-17-α,21-diol) wird in der letzten oder einer der letzten Stufen die Δ^4-3-Ketogruppe im Ring A des Steroidgerüstes in eine $\Delta^{1,4}$-3-Ketogruppe übergeführt. Die Einführung dieser Doppelbindung kann chemisch oder mikrobiologisch erfolgen. Die chemische Dehydrierung erfolgt vorzugsweise mit Hilfe von SeO_2. Bei dieser Umsetzung ist damit zu rechnen, daß in dem so dargestellten Prednison elementares Selen und/oder selenorganische Verbindungen enthalten sein können.

In einer Mitteilung von W. Keller[1] über die unterschiedliche Wirksamkeit von Prednisontabletten wird berichtet, daß in pharmazeutischen Handelspräparaten von Prednison 0,2% bis 0,6% Selen auftreten. Die Selenbestimmung erfolgt dabei colorimetrisch nach Aufschluß im Apparat nach Grote-Krekeler. Einzelheiten und Durchführung der Untersuchungen wurden nicht mitgeteilt.

Bei pharmazeutischen Präparaten wäre ein solch hoher Selengehalt bedenklich. Es ist daher von Interesse, mit einer einfachen, hinreichend genauen und empfindlichen Methode den Selengehalt in Prednison-

präparaten zu bestimmen. Bei den vorliegenden Untersuchungen wurde die Substanz im Sauerstoffstrom verbrannt und das Selen als selenige Säure jodometrisch bestimmt.

1. Durchführung der Verbrennung

Mit den aus der quantitativen Elementaranalyse bekannten Verbrennungsverfahren gelang es nicht, die erforderliche Substanzmenge (etwa 500 mg Steroid) befriedigend zu verbrennen. Da es jedoch nur darauf ankam, Selendioxyd zu erfassen, erwies sich die folgende einfache Anordnung als gut brauchbar.

Die Verbrennung erfolgt in einem Quarzrohr von 700 mm Länge, 13 mm Innendurchmesser und 1,5 mm Wandstärke. Zur Kondensation der Verbrennungsprodukte wird das eine Ende des Rohres durch eine aufgeschobene Kupferkühlschlange auf 0° C gekühlt. Die Substanz (etwa 500 mg) wird in ein Porzellanschiffchen von 130 mm Länge und 11 mm Breite eingewogen. Unmittelbar hinter dem Porzellanschiffchen befindet sich ein Verbrennungskontakt aus Platin. Zu dessen Herstellung werden 13 g Platindraht von 0,2 mm ∅ auf einen Glasstab von etwa 3 mm ∅ gewickelt, von diesem abgezogen und daraus ein Pfropfen von 40 mm Länge geformt, der sich leicht in das Quarzrohr einsetzen und aus diesem entfernen läßt. Der Verbrennungsofen besteht aus einem Keramikrohr von 160 mm Länge mit einer aufgewickelten 300 Watt-Heizspirale. Die Wicklung erstreckt sich auf die gesamte Länge des Keramikrohres und ist mit Asbestschnur isoliert. Die Sauerstoffzufuhr entspricht der aus der quantitativen Elementaranalyse bekannten Anordnung und besteht aus Gasometer, Gasdruckregler, Blasenzähler und Trockenröhrchen.

Die Durchführung der Verbrennung geschieht im einzelnen wie folgt:

Verbrennungskontakt und leeres Porzellanschiffchen werden in das gesäuberte Quarzrohr eingelegt, der Ofen wird aufgeschoben und die Sauerstoffzufuhr angeschlossen. Im Sauerstoffstrom wird das Rohr mit Schiffchen und Kontakt ausgeglüht. Nach dem Erkalten wird das Schiffchen herausgenommen, die Substanz eingewogen und das Schiffchen in das Verbrennungsrohr zurückgegeben. Die eine Seite des Rohres wird wieder an die Sauerstoffzufuhr angeschlossen, auf die andere Seite wird die Kühlschlange aufgeschoben. Der Ofen wird bis auf 30 mm an die Kühlschlange herangeschoben. Der Platinkontakt befindet sich nun ganz innerhalb des Ofens, das Schiffchen steht außerhalb des Ofens und schließt mit seinem hinteren Ende mit diesem ab. Es besteht folgende Reihenfolge: Sauerstoffanschluß, 170 mm freies Quarzrohr, Verbrennungsschiffchen mit Substanz, daran unmittelbar anschließend Platinkontakt und Ofen, 30 mm Zwischenraum, 200 mm Kühlschlange. Der Ofen wird durch einen Elektromotor über ein Getriebe mit einem Vorschub von 25 mm/Std in Richtung gegen den Sauerstoffstrom über das Schiffchen hinweggeführt. Die Sauerstoffzufuhr beträgt 70 Blasen/min. Der geringe Vorschub bewirkt, daß die Substanz verschwelt. Die dabei entstehenden Gase werden am Platinkontakt verbrannt. Verbrennungswasser und Selendioxyd schlagen sich im gekühlten Teil des Rohres nieder. Ist die Verbrennung beendet, werden Ofen, Schiffchen und Kontakt entfernt und Verbrennungswasser und Selendioxyd aus dem Rohr gespült.

2. Die Titration von seleniger Säure mit Natriumthiosulfat

Titriert wird mit einer 0,005 n Natriumthiosulfatlösung aus einer Mikrobürette nach Bang. Die stark verdünnte Natriumthiosulfatlösung ist weder titerbeständig noch in Abhängigkeit von der Vorlage an seleniger Säure titerkonstant. Es ist daher erforderlich, unmittelbar vor der Titration mit einer Urtitersubstanz den Gehalt der Maßlösung für verschiedene Vorlagen von H_2SeO_3 zu bestimmen. Als Urtitersubstanz

dient SeO_2. Davon wird eine Standardlösung mit genau bekanntem Gehalt hergestellt (70 mg SeO_2 in 500 ml Wasser). Von der Standardlösung werden in 100 ml-Erlenmeyer-Kolben soviel eingewogen, daß diese Vorlagen 2 μg, 10 μg und 30 μg Selen entsprechen. Für jeden Wert werden 2 Vorlagen vorbereitet. Nach der Zugabe von 20 ml 3%iger Schwefelsäure und 1 ml KJ-Lösung (75 mg KJ/ml Wasser) wird die Probe 15 min bei 0° C stehen gelassen, mit 1 ml 0,5%iger Stärkelösung versetzt und mit 0,005 n Natriumthiosulfatlösung titriert. Für die Vorlagen 2 μg, 10 μg und 30 μg Selen wird das Selenäquivalent für 1 ml Maßlösung berechnet.

Nach Abschluß dieser Titrationen wird das im gekühlten Ende des Verbrennungsrohres kondensierte Wasser mit 20 ml 3%iger Schwefelsäure in einen 100 ml-Erlenmeyer-Kolben gespült und wie beschrieben titriert. Die Berechnung geschieht in der Weise, daß zunächst der Äquivalentwert der Maßlösung für 10 μg Selen benutzt wird. Mit dem so erhaltenen Selenwert der Vorlage und den Äquivalentwerten für 2 μg, 10 μg und 30 μg Selen wird der verbesserte Äquivalentwert durch lineare Interpolation bestimmt und die Rechnung wiederholt. Eine weitere Näherung gibt keine weitere Verbesserung, da die Werte bereits innerhalb der Fehlergrenze der Titration liegen. Werden bei der Berechnung der ersten Näherung Werte über 30 μg Selen gefunden, so müssen weitere Äquivalentwerte bestimmt werden.

3. Kontrollbestimmungen

Nach dem beschriebenen Verfahren wurde eine Reihe von Kontrollbestimmungen zur Prüfung der Genauigkeit und Empfindlichkeit der Methode durchgeführt. In Tab. 1 sind die Ergebnisse der Titrationen mit bekannten Vorlagen Selen (als H_2SeO_3) angeführt.

Tabelle 1. *Kontrolltitrationen*

Vorlage Selen μg	Gefunden Selen μg	Fehler %
150,4	149,5	0,6
100,3	99,8	0,5
49,9	48,8	2,2
29,7	29,9	0,6
12,9	13,2	2,3
5,1	5,0	2,0
2,1	2,5	19,0
1,7	1,5	11,8

Tabelle 2. *Kontrollbestimmungen mit bekannten Mengen Selen und Cortisonacetat*

Eingewogen		Gefunden	Fehler
Selen μg	Cortisonacetat mg	Selen μg	%
240	—	242,6	1,0
195	—	195,4	0,2
70	—	71,8	2,5
35	—	37,0	5,7
—	581,15	—	—
170	623,28	179,3	5,4
60	517,08	61,0	1,7
35	636,53	32,9	6,0
30	610,37	29,7	1,0

Proben, die in der Vorlage etwa 1 μg Selen enthalten, können noch titriert werden. Qualitativ können noch 0,75 μg Selen nachgewiesen werden. Zur Kontrolle der Gesamtbestimmung (Verbrennung und Titration) wurden genau eingewogene Mengen elementares Selen, Cortisonacetat und Mischungen von Selen und Cortisonacetat verbrannt und das Selen durch Titration bestimmt.

In Tab. 2 sind die Ergebnisse dieser Bestimmungen zusammengestellt. Die Kontrolltitrationen und die Kontrollverbrennungen zeigten, daß bei 500 mg-Einwaagen von Substanz 2 ppm Selen noch hinreichend genau zu erfassen sind.

4. Bestimmung von Selen in Prednison

Es wurden neun Proben Prednison und Prednisonderivate von sieben Firmen (I bis VII) untersucht. Zum Teil erfolgten Doppelbestimmungen. In Tab. 3 sind die jeweilige Einwaage, die gefundene Menge Selen und der prozentuale Selengehalt angeführt. Ist kein Selen angegeben, so bedeutet das, daß die Präparate je nach Einwaage weniger als 2,6 ppm bzw. weniger als 1,2 ppm Selen enthalten.

Tabelle 3. *Selengehalt in Prednisonpräparaten*

Firma	Substanz	Einwaage mg	Selen gef. µg	Selengehalt %
I	Prednisonacetat	498,83	2,1	$4 \cdot 10^{-4}$
		637,23	3,6	$5 \cdot 10^{-4}$
	Prednison	561,60	4,2	$7 \cdot 10^{-4}$
II	Prednisolonhydrat	522,58	—	—
III	Prednison	699,53	26,0	$3{,}7 \cdot 10^{-3}$
IV	Prednisonacetat	284,79	—	—
V	Prednison	502,09	—	—
VI	Prednison	574,74	29,9	$5{,}2 \cdot 10^{-3}$
		597,62	33,5	$5{,}6 \cdot 10^{-3}$
	Prednisolon	591,08	—	—
VII	Prednison	342,49	—	—

Die gefundenen Werte für Selen liegen zwischen $5{,}6 \cdot 10^{-3}$ % und $4 \cdot 10^{-4}$ %. Selenwerte, wie sie von KELLER[1] angegeben werden ($2 \cdot 10^{-1}$ % bis $6 \cdot 10^{-1}$ %), haben wir nicht gemessen. So hohe Selengehalte erscheinen doch recht fragwürdig.

Zusammenfassung

Es wird eine einfache Methode zur quantitativen Bestimmung von Selen in Prednison und seinen Derivaten beschrieben, bei der die Substanz im Sauerstoffstrom verbrannt und Selen als selenige Säure jodometrisch bestimmt wird. Es wurden neun Proben Prednison (bzw. Prednisonderivate) von sieben Firmen auf ihren Selengehalt untersucht. Soweit Selen nachgewiesen werden konnte, lag der Selengehalt zwischen $5{,}6 \cdot 10^{-3}$ % und $4 \cdot 10^{-4}$ %.

Literatur

[1] KELLER, W.: Pharmazie **15**, 56 (1960).

Dr. K. HELLER, VEB Jenapharm, Jena, Otto Schott-Straße

Bericht über die Fortschritte der analytischen Chemie

I. Allgemeine analytische Methoden, Apparate und Reagentien

Literatur. *Nuclear Science Series*, National Academy of Sciences, National Research Council, U.S. Atomic Energy Commission, NAS-NS 3001—3011, herausgegeben von Subcommittee on Radiochemistry, National Academy of Sciences, National Research Council.

NAS-NS 3001 — James R. de Voe, *The Radiochemistry of Cadmium*, 57 Seiten, Preis $0,75. — NAS-NS 3002 — Harold C. Beard, *The Radiochemistry of Arsenic*, 27 Seiten, Preis $0,50. — NAS-NS 3003 — Earl K. Hyde, *The Radiochemistry of Francium*, 34 Seiten, Preis $0,50. — NAS-NS 3004 — E. K. Hyde, *The Radiochemistry of Thorium*, 70 Seiten, Preis $0,75. — NAS-NS 3005 — Jacob Kleinberg and G. A. Cowan, *The Radiochemistry of Fluorine, Chlorine, Bromine and Iodine*, 42 Seiten, Preis $0,50. — NAS-NS 3006 — R. A. Penneman and T. K. Keenan, *The Radiochemistry of Americium and Curium*, 62 Seiten, Preis $0,75. — NAS-NS 3007 — J. Pijck, *The Radiochemistry of Chromium*, 34 Seiten, Preis $0,50. — NAS-NS 3008 — G. R. Choppin, *The Radiochemistry of Rhodium*, 32 Seiten, Preis $0,50. — NAS-NS 3009 — E. M. Scadden and N. E. Ballou, *The Radiochemistry of Molybdenum*, 38 Seiten, Preis $0,50. — NAS-NS 3010 — D. N. Sunderman and C. W. Townley, *The Radiochemistry of Barium, Calcium and Strontium*, 118 Seiten, Preis $1,25. — NAS-NS 3011 — E. P. Steinberg, *The Radiochemistry of Zirkonium and Hafnium*, 52 Seiten, Preis $0,50.

Die vorliegenden 11 Bändchen sind geheftet und in Schreibmaschinenschrift durch ein entsprechendes Druckverfahren sauber vervielfältigt. Sie sind einzeln oder geschlossen zu beziehen durch the Office of Technical Services, Department of Commerce, Washington 25, D.C. Alle Ausgaben sind vom Januar 1960. Die einzelnen Bände der Monographien sind nach einem ähnlichen Schema aufgebaut. Nach Angaben über das allgemeine anorganische und analytische Verhalten der betreffenden Elemente wird ein Überblick über die Radiochemie derselben gegeben. Eine Isotopentabelle für die betreffenden Elemente gibt die Halbwertszeit, das Zerfallsschema, die Energie der Strahlung und die Methode zur Herstellung des betreffenden Nuklides an. In ausführlicher Weise werden die für das radiochemische Verhalten der verschiedenen Elemente wichtigen Reaktionen besprochen. Im einzelnen werden hier Angaben über das Verhalten der Metalle, der löslichen und der unlöslichen Salze, der Chelatkomplexe, des Extraktionsverhaltens und die Anwendung von Ionenaustauschern gemacht. Allgemeine Angaben über die Herstellung von Lösungen und über die radiochemische Präparationstechnik schließen sich an. Ferner werden Arbeitsvorschriften für die verschiedenen radiochemischen Untersuchungsmethoden der einzelnen Elemente gegeben. Jedes Bändchen schließt mit einem recht ausführlichen Literaturverzeichnis. Die einzelnen Bände der Monographien sind sehr sorgfältig abgefaßt und auf den neuesten Stand gebracht. Radiochemisch arbeitenden Analytikern, die sich mit den oben angegebenen Elementen befassen müssen, kann das Studium der Monographien hohen Nutzen bringen. Die Arbeitsvorschriften sind im allgemeinen so ausführlich und klar aufgebaut, daß sich in vielen Fällen ein Studium der Originalliteratur erübrigt. Nicht zuletzt sei auf die besondere Preiswürdigkeit der einzelnen Bändchen hingewiesen.

W. Schneider

K. Thinius, *Anleitung zur Analyse der Lösungsmittel*, 2. erweiterte Auflage, 89 Seiten mit 7 Abbildungen, 1957. Johann Ambrosius Barth-Verlag, Leipzig. Preis brosch. DM 4,50.

Es handelt sich um eine Erweiterung der ersten Auflage, die bereits in dieser Zeitschrift **141**, 209 (1954) besprochen worden ist. Obwohl die „Anleitung" in der vorliegenden Form sich bei der praktischen Laboratoriumsarbeit in vieler Hinsicht bereits gut bewährt hat, wäre die im Vorwort angedeutete Möglichkeit einer Neuauflage zu begrüßen.

W. Schneider

Für die spektrophotometrische Analyse von binären Gemischen entwickeln D. Ciecierska-Stokłosa, K. Gorczyńska, J. Świętosławska und H. Walędziak[1] ein System von allgemeingültigen Gleichungen, mit deren Hilfe es möglich

sein soll, exakte spektrophotometrische Bestimmungen von 2 Komponenten nebeneinander auch dann durchzuführen, wenn 1. keine Möglichkeit besteht, günstige Wellenlängen, die eine ausreichende Genauigkeit garantieren, auszuwählen, 2. wenn keine Farbreaktion bekannt ist, bei der eine Komponente einen farblosen Komplex bildet, 3. wenn das Reagens farblos ist und 4. wenn solch ein großer Überschuß an Reagens angewendet werden muß, daß unabhängig von p_H, Temperatur und Zeit alle anwesenden Kationen zu Farbkomplexen umgesetzt werden. Voraussetzung ist eine sehr genaue Messung der Absorptionskoeffizienten der zu bestimmenden Komponenten. Die Verff. haben diese Methode angewendet, um Spuren von *Vanadium und Eisen mit Benzhydroxamsäure* als Reagens nebeneinander zu bestimmen. Weitere Untersuchungen sind in Aussicht genommen.

[1] Chem. analit. (Warszawa) **4**, 803—807 (1959) [Polnisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Inst. allg. Chemie, Warszawa (Polen). MARGOT ZIMMERMANN

Über den Einfluß von verschiedenen Faktoren auf die Länge der Farbzone eines Ions in der Adsorptionschromatographie an Aluminiumoxyd hat A. GÓRSKI[1] eingehende Untersuchungen angestellt, um die Bedingungen für die quantitative Analyse zu präzisieren. Die an vollkommen gleichartig hergestellten Säulen vorgenommenen Versuche mit verschiedenen Metallsalzen (Cu, Ca, Ni usw.) zeigen folgendes: 1. Falls die chromatographische Säule vor der Kationenadsorption mit Mineralsäuren behandelt wird[2], hängt die Länge der Farbschicht nur von der Gesamtmenge der benutzten Säure (Salzsäure) und nicht von ihrem Verdünnungsgrad ab. — 2. Die Länge der chromatographischen Farbschicht für dasselbe Kation ändert sich je nach der Natur des mit ihm verbundenen Anions, wobei der Einfluß des SO_4^{2-}-Ions weit geringer ist als der des Cl^-- oder NO_3^--Ions. — 3. Für dieselben Mengen desselben Kations (Cl^--Anion) erhöht sich die Länge der betreffenden Schicht mit wachsendem Verdünnungsgrad der zu untersuchenden Lösung. — 4. Die Länge der chromatographischen Schicht ändert sich auch mit der Zeit, in der sich die zu untersuchende Lösung mit dem Adsorbent im Kontakt befindet. — 5. Die chromatographische Farbschicht für dasselbe Kation verlängert sich, wenn zwar das Volumen des Waschwassers konstant gehalten wird, die Säule jedoch vorher mit wachsender Menge der betreffenden Säure angesäuert wurde. — 6. Bei bedeutendem Überschuß an SO_4^{2-}-Ionen gegenüber den Cl^-- bzw. NO_3^--Ionen in der zu untersuchenden Lösung desselben Kations werden nur sehr kurze Adsorptionsfarbschichten an der benutzten Säule gebildet; wird der Gehalt an den SO_4^{2-}-Ionen in dem Gemisch gering, so spaltet sich die Farbschicht des zu untersuchenden Kations an der Säule in zwei Ringe, von denen der kürzere durch die größere und der längere durch die niedrigere Konzentration des Kations gekennzeichnet ist. — Die Messung der Länge der Farbzonen von Ionen an Aluminiumoxydsäulen kann daher nur dann quantitative Analysenergebnisse liefern, wenn alle Bedingungen streng gleichgehalten werden. Einzelheiten über die Ausführung der Versuche sind im Original näher beschrieben.

[1] Chem. analit. (Warszawa) **5**, 51—60 (1960) [Polnisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Polytechnik Warszawa (Polen). — [2] KEMULA, W., u. A. GÓRSKI: Roczniki Chem. **26**, 639 (1952). M. HŘIVNÁČ

Gaschromatographie. J. A. COOPER, R. CANTER, F. L. ESTES und J. H. GAST[1] beschreiben *ein Gerät, das zum Einlaufen von Säulen vor der Verwendung in der Gaschromatographie benutzt werden kann.* Es besteht aus drei unabhängigen

Öfen, die bis 400° C (Temperaturschwankungen längs der Säule $\pm$ 0,5° C, maximale Temperaturschwankung im Ofen $\pm$ 1,0° C) thermostatisierbar sind und neben allen notwendigen Kontrollteilen einen einfachen Wärmeleitfähigkeitsdetektor enthalten. Die Temperatur, bei der die Nullinie eine Abweichung von 0,5% Vollausschlag (bei maximaler Empfindlichkeit) aufweist, wird als maximale Arbeitstemperatur einer Säule bezeichnet.

[1] J. Chromatogr. (Amsterdam) **3**, 87—90 (1960). Baylor Univ. Coll. Med. Houston, Tex. (USA). D. Jentzsch

J. J. Duffield und L. B. Rogers[1] beschäftigten sich mit den *Einflüssen vom Verteilungsverhältnis, der Viscosität und der Menge der stationären Phase auf die theoretische Bodenzahl gaschromatographischer Säulen.* An Hand der bekannten van Deemter-Zuiderweg-Klinkenberg-Gleichung ($HETP = A + B/u + Cu$) wird durch zahlreiche Messungen die Bedeutung der 3 Variablen im letzten Term, nämlich Verteilungsverhältnis, Filmdicke und Diffusion, untersucht. Es ergibt sich, daß praktisch der Einfluß von 2 Variablen verschwindet, wenn es gelingt, durch 1 Variable (z. B. Filmdicke) den Term C klein zu machen. Die Wirksamkeit von Säulen steigt ebenfalls an durch Begrenzen des Korngrößenbereiches des Trägermaterials.

[1] Analyt. Chemistry **32**, 340—343 (1960). Inst. Techn., Cambridge, Mass. (USA). D. Jentzsch

L. J. Schmauch und R. A. Dinerstein[1] diskutieren ausführlich die *Empfindlichkeit von Wärmeleitfähigkeitszellen in der Gaschromatographie.* Für Zellen, bei denen die Wärmeableitung im wesentlichen durch das Gas erfolgt, wird eine Gleichung für die Empfindlichkeit abgeleitet. Ihr liegen im wesentlichen zwei Faktoren zugrunde: ein sogenannter Zellfaktor, der die Arbeitsbedingungen einschließlich der elektrischen Parameter erfaßt, und ein Wärmeleitfähigkeitsfaktor, der die Differenz der Wärmeleitfähigkeiten zwischen Trägergas und Gasmischung (Trägergas + austretende Komponente) enthält. Bei großen Unterschieden in den Wärmeleitfähigkeiten zwischen Trägergas (Helium oder Wasserstoff) und den Substanzen genügt ein Eichfaktor bei einer Arbeitstemperatur.

[1] Analyt. Chemistry **32**, 343—352 (1960). Standard Oil Co., Whiting, Ind. (USA). D. Jentzsch

Gase, die mit Metallsalzen reversible Additionsverbindungen bilden, können gaschromatographisch bestimmt werden, wie U. Schwenk und H. Hachenberg[1] berichten. Für *Olefine* an einer Silbersalzsäule sowie für *Olefine oder CO* an einer Cu^{I}-Chloridsäule und für *NO an einer Eisen(II)-salzsäule* gilt bei den in der Gaschromatographie auftretenden geringen Gaspartialdrucken das Henrysche Gesetz. Die Konzentration des Gases in der Gasphase ist direkt proportional der Konzentration des in der Additionsverbindung enthaltenen Gases. Die Elutionskurve zeigt deshalb sehr symmetrische Peaks. Verff. führen als Beispiel die *Bestimmung von NO an einer Eisen(II)-sulfat-Trennsäule* durch. Eine 10 m-Säule (⌀ 6 mm) enthält 100 g Sterchamol(R) von der Korngröße 0,1—0,4 mm und 40 g gesätt. wäßrige $FeSO_4$-Lösung. Als Trägergas dient wasserdampfgesättigter Wasserstoff mit einer Strömungsgeschwindigkeit von 12 l/Std. NO tritt später als alle anderen Gase aus der Säule aus. N_2O_4, das bei Aufgabe der Probe auf die Säule durch Oxydation entstehen kann, erscheint an der gleichen Stelle wie NO. Es kann durch KOH aus der Probe entfernt werden.

[1] Brennstoff-Chem. **41**, 183—184 (1960). Farbwerke Hoechst AG, Frankfurt am Main-Höchst. Margot Zimmermann

Über elektrochemische Methoden in der Ultramikroanalyse berichten I. P. Alimarin und M. N. Petrikova[1] kurz auf Grund eigener Arbeiten. Nach Erläuterung der Arbeitstechnik unter dem Mikroskop werden elektrolytische Trennungs- und Bestimmungsverfahren sowie potentiometrische und amperometrische Titrationen beschrieben, die alle 10^{-8} bis 10^{-6} g eines Elementes zu erfassen gestatten. Es folgt die Beschreibung der p_H-Bestimmung in 1 μl oder weniger Lösung, schließlich wird kurz auf die coulometrische Titration sehr kleiner Substanzmengen hingewiesen.

[1] Recueil Trav. chim. Pays-Bas **79**, 491—494 (1960). Vernadsky-Inst. Geochem. u. anal. Chem., Akad. Wiss. Moskau (UdSSR). A. Kurtenacker

Die automatische Hochwiderstands-Polarographie an vibrierenden Platinelektroden beschreiben V. M. Leont'ev und N. A. Fedotov[1]. Sie benutzen eine Platinelektrode, die bei einer Amplitude von rund 1 mm mit 50 Hz vibriert, was eine wesentliche Erhöhung der Diffusionsströme erlaubt. Unter diesen Bedingungen lassen sich Konzentrationen zwischen 10^{-4}—10^{-5} Val/l erfassen. Die Autoren bringen ein Schaltbild der verwendeten Apparate sowie Diagramme mit Polarisationskurven.

[1] Zavodskaja Laborat. **26**, 276—278 (1960) [Russisch]. Phys.-chem. Inst., „L. Ja. Karpov". O. Gautsch

Ein oscillopolarographisches Schema mit amalgamierter Silberelektrode beschreiben E. M. Skobec und V. I. Šapoval[1]. Sie erläutern an Beispielen (Cd^{2+} in 1 n KCl-Lösung, Tl^+ in 1 n KOH-Lösung, Pb^{2+} in 1 n HNO_3-Lösung) die erhaltenen Oscillogramme.

[1] Zavodskaja Laborat. **26**, 278 –282 (1960) [Russisch]. Ukrain. Akad. f. Landwirtschaftswiss. O. Gautsch

Um bei Temperaturen unterhalb des Gefrierpunktes mit Kalomel- und Glaselektroden p_H-Messungen durchführen zu können, setzt L. van den Berg[1] der gesätt. Kaliumchloridlösung in der Kalomelelektrode mehrwertige Alkohole, z. B. 50% Glycerin oder Äthylenglykol, zu. Auch die Glaselektrode muß abgeändert werden. Sie wird aus Corning 015 Elektrodenglas hergestellt und statt mit einer Pufferlösung mit metallischem Quecksilber gefüllt. Vergleichsmessungen mit üblichen Elektroden bei 25° C ergaben befriedigende Übereinstimmung. Mit den Elektroden können p_H-Messungen in Lösungen bis herab zu —30° C und in gepulverten, gefrorenen Substanzen bis zu —20° C ausgeführt werden.

[1] Analyt. Chemistry **32**, 628—631 (1960). Nat. Res. Council, Ottawa (Canada). G. Denk

Über radiometrische Titrationen mit dem Radioisotop ^{110}Ag berichten P. Bebeşel und I. Sîrbu[1]. Das aktive Isotop ^{110}Ag (Gammastrahler) eignet sich für die Titrationen gut, weil es im Reaktor leicht erhalten wird, eine verhältnismäßig lange Lebensdauer besitzt ($T^1/_2$ = 270 Tage) und weil Silber viele schwer lösliche Niederschläge bildet. Zur Herstellung der aktiven Silbernitratlösung setzt man etwa 1 g $AgNO_3$-Kristalle 10 Std lang einem Neutronenfluß von 10^{12} n/cm²/sec aus, löst das Salz dann in Wasser und verdünnt zu etwa 0,01 n-Konzentration. Die Aktivität beträgt etwa 3000 Imp./min/cm³. Da sich die Niederschläge der Silbersalze leicht klar absetzen, wird nach jedem Zusatz der Maßflüssigkeit zentrifugiert, die Aktivität der über dem Niederschlag befindlichen klaren Lösung im Flüssigkeitszähler gemessen, die Lösung dann in das Fällungsgefäß zurückgebracht und die Titration fortgesetzt. Die Messungsergebnisse werden in üblicher Weise graphisch dargestellt, der Äquivalenzpunkt ergibt sich meist sehr scharf als Schnittpunkt zweier Geraden. Als Anwendungsbeispiele werden beschrieben: *Die Bestimmung von Jodat mit der Silbernitratlösung*

bzw. umgekehrt die Titereinstellung der markierten Silbernitratlösung mit Standard-KJO_3-Lösung. In beiden Titrationsrichtungen werden übereinstimmende Resultate erhalten. — Bei der *Bestimmung von Cyanion* (0,3 bis 4,2 mg) erscheint der erste scharfe Äquivalenzpunkt beim Verbrauch von 1 Ag auf 2 $(CN)^-$ (Komplex $[Ag(CN)_2]^-$). Die Analysengenauigkeit beträgt bei Anwendung von 0,3 mg CN^- etwa 1%, bei 4 mg CN^- etwa 0,1%. Der Verbrauch von 2 Ag auf 2 $(CN)^-$ (Fällung von AgCN) ist durch einen zweiten, weniger scharfen Knick in der Titrationskurve gekennzeichnet. — *Oxalation* (0,3—5,2 mg) läßt sich in neutraler Lösung mit etwa der gleichen Genauigkeit wie CN^- bestimmen. — Auch bei der Titration von *Sulfonamiden* (Sulfathiazol, Talazol) in reiner Substanz (1,5—8,3 mg) oder auch in Tabletten werden genaue Resultate erhalten. — Die *radiometrische Bestimmung von Bleiion* (0,5—21 mg) kann durchgeführt werden, indem man die neutrale Lösung (p_H 7) mit einigen Tropfen der aktiven Silbernitratlösung versetzt (die in diesem Fall als Indicator dient) und mit K_2CrO_4-Lösung titriert. Nach Fällung des Bleichromats beginnt Ag_2CrO_4 auszufallen, was durch ein scharfes Absinken der Aktivität der Lösung angezeigt wird.

[1] Rev. Chim. (Bucarest) **11**, 288—291 (1960) [Rumänisch]. (Mit dtsch. Zus.fass.)
A. Kurtenacker

Die thermochemische Titration in geschmolzenen Salzen wird am Beispiel der *Bestimmung von Chlorid mit Silbernitrat* von J. Jordan, J. Meier, E. J. Billingham jr. und J. Pendergrast[1] ausführlich beschrieben. Damit wird eine frühere kurze Mitteilung über diesen Gegenstand[2] durch eine detaillierte Arbeitsvorschrift und Beschreibung der dazu entwickelten Apparatur (3 Abb.) ergänzt. Als Lösungsmittel dient jetzt ein eutektisches Gemisch aus 43 Mol-% $LiNO_3$ und 57 Mol-% KNO_3. Die Chlorionenkonzentration kann zwischen $8 \cdot 10^{-4}$ und $2 \cdot 10^{-2}$ m liegen. Die Temperaturschwankungen der Apparatur betragen nur $\pm$ 0,0005° C. Mit dem Apparat können Titrationen im Bereiche von 150—200° C durchgeführt werden.

[1] Analyt. Chemistry **32**, 651—655 (1960). State Univ., Univ. Park, Pa. (USA). — [2] Jordan, J., J. Meier, E. J. Billingham jr. u. J. Pendergrast: Analyt. Chemistry **31**, 1439 (1959); vgl. diese Z. **174**, 130 (1960). G. Denk

Ein Verfahren für die systematische qualitative Analyse von Gemischen fester (anorganischer) Substanzen entwickeln A. Łodzińska und M. Czakis[1]. Je nach ihrer Lösbarkeit werden die festen Substanzen in 6 Gruppen eingeteilt. Das zu untersuchende Gemisch wird zuerst mit kaltem oder heißem Wasser ausgelaugt; dabei lösen sich die Glieder der 1. Gruppe (dazu gehören u. a. die Salze der Alkalimetalle, ferner viele Nitrate, primäre Orthophosphate, Chloride, Sulfate, Acetate, Chlorate, Perchlorate, Permanganate, einige unedle Metalle und Oxyde). Aus dem Rückstand wird mit 2 n Salzsäure die 2. Stoffgruppe gelöst, die die Salze vieler schwacher und mittelstarker Säuren, Hydroxyde der Schwermetalle, einige Oxyde, unedle Metalle usw. umfaßt. Bei der folgenden Behandlung mit 6 n Natronlauge lösen sich die Verbindungen der 3. Gruppe (amphotere Verbindungen, einige Metallsäuren und -oxyde, schwerlösliche Komplexverbindungen, Sulfide der Arsengruppe usw.). Zur 4. Gruppe gehören die in konz. Salpetersäure (D 1,40) oder Salzsäure + Perhydrol löslichen Metalle, Sulfide, Rhodanide sowie Kalomel. Die 5. Gruppe umfaßt die Salze von Metallen mit positivem Normalpotential, die durch atomaren Wasserstoff zu den freien Metallen reduziert werden. Im unlöslichen Rückstand bleiben die Substanzen der 6. Gruppe ($BaSO_4$, $SrSO_4$, geglühte Al- und Cr-Oxyde, Silicate usw.), die in bekannter Art im Schmelzfluß aufgeschlossen werden. Das Analysenschema wird ergänzt durch die bekannten Proben auf trockenem Weg, Flammenreaktionen und die Zerreibungsanalyse[2]. Schließlich

kann auch die Phasenanalyse[3] zur Anwendung kommen, die in gewissen Fällen festzustellen erlaubt, in welchen Verbindungen die nachgewiesenen Ionen in dem analysierten Gemisch ursprünglich vorhanden waren.

[1] Chem. analit. (Warszawa) **5**, 23—24 (1960) [Polnisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Univ. Toruń (Polen). — [2] Koršunov, I. A., u. M. K. Čennikova: Ž. obšč. Chim. **21**, 1820 (1949). — [3] Tananajev, N. A.: Ž. anal. Chim. **2**, 253 (1947).

M. Hřivnáč

Zur Bestimmung von kleinen Abweichungen in der stöchiometrischen Zusammensetzung von Einkristallen von Metalloxyden hat H. B. Sachse[1] die Bunsensche Methode so modifiziert, daß noch Abweichungen bis herab zu 1 Milliatom Sauerstoff je Molekül Monoxyd mit einer Genauigkeit von $\pm 10\%$ oder besser erfaßt werden können. In Einkristallen von *Mangan(II)-oxyd*, *Kobalt(II)-oxyd* und *Nickel(II)-oxyd* wurden Sauerstoffüberschüsse von 1—19,5 Milliatomen je Molekül Monoxyd festgestellt. — *Ausführung.* 0,1—0,3 g von dem zu untersuchenden Einkristallpulver werden in ein dünnwandiges, einseitig offenes Glasröhrchen (2 mm Innen-⌀, 25 mm Länge) eingebracht. Das Röhrchen wird in einem größeren Glasrohr (12 mm × 15 cm) mit 7 ml Salzsäure (D 1,2) und 3 ml 0,1 n KJ-Lösung übergossen, worauf man auf etwa 50 mm Hg evakuiert und bei diesem Vakuum 15 min schwach kocht, um den anhaftenden Sauerstoff zu entfernen. Dann wird zugeschmolzen und bei 65° C im Luftbad im Dunkeln bis zur vollständigen Lösung des Oxyds belassen. Man öffnet nun das Rohr, spült rasch mit sauerstofffreiem Wasser aus, gibt einen Überschuß an 0,01 n Thiosulfatlösung zu und titriert mit 0,002 n $K_2Cr_2O_7$-Lösung gegen Stärke als Indicator zurück. Parallel ist stets ein Blindversuch auszuführen, bei dem an Stelle des Metalloxydes die bei seiner Auflösung entstehende Menge Metallchlorid zugegeben wird.

[1] Analyt. Chemistry **32**, 529—530 (1960). Keystone Carbon Co., St. Marys, Pa. (USA). A. Kurtenacker

Peroxychromsäure als anorganischer Indicator in der Neutralisierungstitration. Nach S. Kotkowski und A. Lassocińska[1] ist Kaliumperchromat in Gegenwart von Wasserstoffperoxyd ein gut brauchbarer Indicator in der Säure-Basetitration. Im sauren Gebiet (p_H 1—6) ist der Indicator blau gefärbt. Bei p_H 6—6,65 entsteht ein violettgefärbtes Gemisch von blauen und roten Chromperoxyverbindungen, bei p_H 6,65 (Neutralisationspunkt des Indicators) tritt eine teeähnliche (braunrote) bis blutrote Färbung (je nach der Konzentration der Chromperoxyverbindungen in dem zu titrierenden System) auf, die bei $p_H > 6{,}65$ in eine grüngelbe Farbe übergeht. Die angeführten Farbumschläge treten rasch und scharf auf, besonders in dem Fall, wenn man die Base mit einer Säure titriert. Die blaue Farbe ist einige Stunden beständig, die roten Verbindungen zersetzen sich rascher. Beide Typen von Chromverbindungen zersetzen sich unter der katalytischen Wirkung von Salzen schwerer Metalle. — *Ausführung der Titration.* 10 ml der zu titrierenden Lösung werden mit 40 ml Wasser verdünnt, dann mit 0,2 ml 1%iger $K_2Cr_2O_7$-Lösung und 2 ml 2,5%igem H_2O_2 versetzt, worauf mit der 0,1 n Maßlösung der Säure bzw. der Base titriert wird, bis im Äquivalenzpunkt die teeähnliche Färbung auftritt. — Die mit verschiedenen Säuren (H_2SO_4, HCl, HNO_3, CH_3COOH) und Basen (NaOH, NH_4OH) erhaltenen Resultate stimmen mit denen der Kontrollbestimmungen (Titrationen gegen die üblichen Neutralisierungsindicatoren) sehr gut überein. Die neue Indicationsweise kann bei Titrationen in Gegenwart von Oxydationsmitteln gute Dienste leisten, wo die Benutzung der üblichen Indicatoren auf Schwierigkeiten stößt.

[1] Chem. analit. (Warszawa) **4**, 863—867 (1959) [Polnisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Medizin. Akad., Szczecin (Polen). M. Hřivnáč

Über die Verwendungsmöglichkeit mikrobiologischer Methoden in der analytischen Chemie gibt H. Klaushofer[1] einen zusammenfassenden Bericht. Nach einer Einleitung über die Mikroorganismen, die zu den analytischen Bestimmungen herangezogen werden (Bakterien, Hefen, Schimmelpilze, Ochromonas maltamensis), behandelt Verf. die Stoffgruppen, für deren Nachweis und Bestimmung die mikrobiologischen Verfahren hauptsächlich in Betracht kommen (Vitamine und Wuchsstoffe, Aminosäuren, Antibiotica, Spurenelemente). Es folgen Abschnitte über die Grundlagen der mikrobiologischen Arbeitstechnik, über die Spezifität mikrobiologischer Analysenmethoden und schließlich über die Reproduzierbarkeit bzw. Fehlergrenzen bei mikrobiologischen Verfahren (11 Abbildungen).

[1] Österr. Chemiker-Ztg. **61**, 106—114 (1960). A. Kurtenacker

Ein Flammenspektrometer mit Spektrumregistrierung auf Papier und seine Anwendung beschreiben N. S. Poluektov, S. B. Popova und L. A. Ovčar[1]. Die Vorteile dieser Einrichtung werden an Hand einer Konstruktionsbeschreibung dargelegt. Störungen durch Begleitmetalle, die ein komplexes Molekularspektrum im Bereich der photometrisch zu messenden Linie haben, können weitgehend ausgeschaltet werden. Als Anwendungsbeispiele werden folgende Analysen näher beschrieben: *Bestimmung von Lithium im natürlichen Steinsalz oder Sudsalz.* Man stellt eine Lösung mit 50 mg Salz je Milliliter her, nimmt das Spektrum von 660 bis 686 mm auf und wertet mit Standardlösungen aus, die 50 mg reines NaCl/ml und außerdem 0—1,0 μg Li/ml enthalten. Ein Didymglasfilter dient zur Beseitigung der Störungen durch die Natriumlinien 589,0—589,6 nm. Lithium kann noch in der Konzentration 0,1 μg Li/ml bzw. in Gehalten von 0,0002% in der Probe erfaßt werden. — *Zur Rubidiumbestimmung in Kalisalzen* wird das Spektrum von 775 bis 803 nm aufgenommen (die Rubidiumlinien liegen bei 780 und 794 nm, die Kaliumlinien bei 766,6—769,9 nm). In Gegenwart von 10 mg/ml KCl kann noch 1 μg/ml Rb (0,01% Rb in KCl) bestimmt werden. Bei kleinerem Kaliumgehalt ist noch 0,1 μg/ml Rb zu erfassen. Meerwasser wird zur Rb-Bestimmung auf den 4. Teil seines Volumens eingedampft. — *Die Calciumbestimmung in Strontiumsalzen und in Salzen der Seltenen Erden* erfolgt durch Aufnahme des Spektrums von 421 bis 425 nm (gemessene Ca-Linie 422,7 nm). — *Die Strontiumbestimmung im Meerwasser* gestattet durch Aufnahme des Spektrums von 459,0—465 nm (Sr-Linie 460,7 nm) noch etwa 1 μg/ml Sr zu erfassen (mittlerer Bestimmungsfehler etwa 2,4%). — *Manganbestimmung neben Kalium.* Durch Aufnahme des Spektrums von 402—405,5 nm kann Mangan aus der Höhe des Peaks bei 403,1—403,4 nm trotz der Nähe des Kaliumpeaks bei 404,4—404,7 nm noch in der Konzentration von 1 μg/ml Mn neben 10 mg/ml KCl erfaßt werden.

[1] Ž. anal. Chim. **15**, 131—137 (1960) [Russisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Inst. allg. anorg. Chem., Akad. Wiss., Lab. Odessa (Ukrain SSR). O. Gautsch

Einen einfachen Apparat zur Aufnahme von Pyrolysekurven organischer und anorganischer Verbindungen beschreiben R. N. Rogers, S. K. Yasuda und J. Zinn[1]. Der Apparat, der in gewissen Fällen die Thermowaage ersetzen kann, besteht im wesentlichen aus 3 Teilen, nämlich der elektrisch heizbaren Pyrolysekammer mit Einlaß- und Ableitungsrohr für das Trägergas (Helium), dem ebenfalls elektrisch heizbaren Verbrennungsrohr mit CuO-Füllung und der Wärmeleitfähigkeitszelle. Die zu untersuchenden gewogenen Substanzen (in erster Linie Sprengstoffe, deren Zersetzungstemperatur gemessen werden soll, aber auch Salzhydrate u. dgl.) werden in einem Verbrennungsschiffchen in die kalte Pyrolysekammer gebracht, die Luft wird mit Helium (5—15 ml/min) ausgetrieben, dann wird die Temperatur mit der Geschwindigkeit von 2,5—3,5° C/min gesteigert. Das Verbrennungsrohr

ist von vornherein auf 700° C gebracht worden. Trägt man die Ablesungen an der Wärmeleitfähigkeitszelle (mV) gegen die Temperatur auf, so ergeben sich Kurven, die bei den Zersetzungstemperaturen scharf ausgeprägte Maxima zeigen. Die Ergebnisse sind bisher nur qualitativ ausgewertet worden. Die theoretischen Grundlagen werden für nichtflüchtige und für flüchtige Verbindungen entwickelt.

[1] Analyt. Chemistry **32**, 672—678 (1960). Scientif. Labor., Los Alamos, N. M. (USA). A. KURTENACKER

IV. Spezielle analytische Methoden

3. Analysenmethoden auf dem Gebiete der Pharmazie

Die Natrium- und Kaliumgehalte in pharmazeutischen Grundstoffen haben E. PUNGOR und E. KIRÁLY[1] flammenphotometrisch bestimmt. Die Ergebnisse für 17 Substanzen sind in einer Tabelle zusammengestellt. Im Zusammenhang mit dieser Untersuchung berichten die Verff. über die möglichen Störungen durch Essigsäure, Ascorbinsäure, Borsäure, Kaliumpermanganat und Calciumlactat, sowie über die Emissionssteigerung durch Alkohol. Den störenden Einfluß der Essigsäure, besonders auf die Kaliumanalyse, umgehen die Verff. durch Eichproben, die nach der Additionsmethode hergestellt worden sind. Ascorbinsäure stört bei der Natriumbestimmung nicht. Die Störungen durch die Gegenwart von Borsäure eliminieren die Verff. durch Zugabe eines Überschusses an Borsäure als Puffer. Der Einfluß des Kaliumpermanganats auf die Natrium- und der von Calciumlactat auf die Natrium- und Kaliumbestimmung werden durch eine Untergrundkorrektur an der jeweiligen Analysenlinie ausgeschaltet. Für den Mechanismus der Störung von Kaliumhydroxyd auf die Natriumchloridbestimmung geben die Verff. eine theoretische Deutung, die mit den experimentellen Daten gut in Einklang steht. Schließlich schlagen die Verff. vor, die Zugabe von Äthylalkohol auf 30 -40% zu beschränken, da in diesem Bereich die kleinste Abhängigkeit zwischen Alkoholkonzentration und Emission liegt und außerdem noch keine Ionisationsstörungen zwischen den Alkalimetallen auftreten.

[1] Arch. Pharmaz. Ber. dtsch. pharmaz. Ges. **293**, 494—501 (1960). L. Eötvös-Univ., Budapest (Ungarn). F. ROSENDAHL

Calcium und Schwefel in Salben, Streupulvern und Einreibungen bestimmen M. ŠARŠÚNOVÁ, J. TÖLGYESSY und J. MAJER[1] radiometrisch mit Hilfe von Radioisotopen ^{45}Ca und ^{35}S. Calcium wird aus den Salben usw. mit Salzsäure unter Aufkochen extrahiert, die Lösung wird auf p_H 12 eingestellt, mit dem Isotop ^{45}Ca markiert und in der früher[2] beschriebenen Art mit 0,01 m Oxalsäurelösung radiometrisch titriert. Schwefel wird in SO_4^{2-} übergeführt, mit $H_2{}^{35}SO_4$ markiert und dann nach Zugabe von Aceton (zur Erniedrigung der $BaSO_4$-Löslichkeit) mit 0,01 n oder 0,1 n $BaCl_2$-Lösung radiometrisch titriert. — *Ausführung. Zur Calciumbestimmung* kocht man 0,2 g Probe mit 2—3 ml konz. Salzsäure, filtriert durch Watte in einen 100 ml-Meßkolben, neutralisiert mit 15%iger Natronlauge gegen Methylorange und bringt mit 10%igem Ammoniak auf p_H 12. Von der aufgefüllten Lösung bringt man 5 ml in ein Zentrifugenrohr, markiert mit $^{45}CaCl_2$-Lösung (deren Menge vom Resultat abgezogen wird) und titriert wie angegeben. — *Zur Schwefelbestimmung* erhitzt man 1 g Schwefelsalbe mit 20 g Salpetersäure und 1 g Kaliumchlorat, engt auf 3 ml ein, gibt 10 ml konz. Salzsäure zu, verdampft wieder auf 3 ml, filtriert durch Watte in einen 250 ml-Meßkolben und ergänzt zur Marke. 10 ml dieser Lösung werden mit 2 ml Aceton versetzt, mit $H_2{}^{35}SO_4$ markiert und dann titriert.

Die mitgeteilten Beleganalysen zeigen Bestimmungsfehler, die bei Calcium zwischen $-5{,}6$ und $+2{,}6\%$, bei Schwefel zwischen $-6{,}0$ und $+4{,}0\%$ (rel.) schwanken.

[1] Českoslov. Farmac. **9**, 68—71 (1960). (Mit russ., engl. u. dtsch. Zus.fass.) Kreiskontroll-Lab. und Pharm. Fak. Pressburg (Bratislava) (ČSR). — [2] Tölgyessy, J., M. Šaršúnová u. J. Majer: Českoslov. Farmac. **8**, 565 (1959); vgl. diese Z. **177**, 227 (1960). Z. Stejskal

Zur gleichzeitigen Bestimmung von zwei- und dreiwertigem Eisen in galenischen Präparaten *(Sirupus ferri jodati, Sirupus ferri chlorati)* empfehlen M. Mandák, L. Zathurecký, L. Molnár und J. Tomáška[1] die Polarographie in alkalischer Triäthanolaminlösung. Bei anodisch-kathodischer Schaltung (Quecksilbermasse als Anode, Tropfelektrode als Kathode, $h = 40$ cm, $t = 3$ sec) wird die anodische Stufe von $-0{,}6$ V an aufgenommen. Die Stufenhöhe entspricht dem gesamten Eisengehalt, der Stufenteil unter der Nullinie gibt die Fe^{2+}-Menge, der Teil über der Nullinie die Fe^{3+}-Menge an. Das Verfahren ermöglicht, sehr rasch den (unerwünschten) Oxydationsvorgang in den Zubereitungen bei ungeeigneter Lagerung zu verfolgen. — *Ausführung.* Man entlüftet 4 ml 0,5 m Triäthanolaminlösung mit Stickstoff, fügt 0,2 ml von dem zu untersuchenden Sirup und 0,8 ml 5,0 m Natronlauge zu, leitet noch 5 min lang Stickstoff durch die Lösung und polarographiert von $-0{,}6$ V an. Die Nullage des Galvanometers wird registriert. Zur Aufstellung der Eichkurve dienen 0,05 m Lösungen von Eisen(II)-sulfat und Eisen(III)-ammoniumsulfat, die in wechselnden Mengenverhältnissen miteinander gemischt werden.

[1] Českoslov. Farmac. **9**, 66—68 (1960) [Slowakisch]. (Mit russ., engl. u. dtsch. Zus.fass.) Pharm. Fak. Univ. u. Chem. Inst. Akad. Wiss., Bratislava (ČSR).
Z. Stejskal

Die Äthanolbestimmung mit Hilfe der azeotropen Destillation haben B. Melichar und I. Jakubec[1] verbessert und zwar hauptsächlich dadurch, daß sie in dem ternären Gemisch, das früher[2] verwendete Benzol durch Toluol ersetzen. Da sich die Siedetemperaturen von ternärem und binärem Gemisch bei Toluol um 9,55° C unterscheiden gegenüber nur 4,40° C bei Benzol, kann das Destillationsende mit Toluol schärfer festgestellt werden. Weitere Verbesserungen betreffen die Apparatur, bei der das Doppelgefäß durch ein einfaches ersetzt wird, auf das eine 25 cm lange, mit Glasröhrchen (3 mm ⌀) gefüllte Fraktionierungskolonne aufgesetzt ist. Außerdem ist ein Kondensatrücklauf aus dem geheitzten Destillationskopf vorgesehen. Das ternäre Gemisch (Siedepunkt 74,55° C) hat (in Vol.-%) die Zusammensetzung: Äthanol 41,2, Toluol 49,1 und Wasser 9,7. 1 ml 100%iges Äthanol entspricht 2,43 ml ternärem Gemisch. Es können auch Proben mit weniger als 20% Äthanol analysiert werden. — *Ausführung.* Eine Probenmenge, die etwa 1 ml 100%iges Äthanol enthält, wird in 8 ml Toluol bei Zimmertemperatur pipettiert. Wenn die Probe mehr als 70% Äthanol enthält, werden noch 8 ml Wasser zugesetzt. Es wird dann so destilliert, daß in 1 min 0,2 ml Destillat übergehen. Das Destillat, obwohl zweiphasig, ist ganz klar. Die erste Trübung bedeutet schon die Destillation von binärem Gemisch. Man verfährt im übrigen wie in der früheren Mitteilung[2] angegeben.

[1] Českoslov. Farmac. **9**, 72—75 (1960) [Tschechisch]. (Mit russ., engl. u. dtsch. Zus.fass.) Pharm. Fakultät, Brünn (Brno) (ČSR). — [2] Melichar, B., J. Horka, E. Nečesaná u. D. Malá: Českoslov. Farmac. **8**, 423 (1959); vgl. diese Z. **176**, 71 (1960). Z. Stejskal

Über die quantitative gaschromatographische Bestimmung von Äthanol in pharmazeutischen Produkten berichtet H. J. Wesselman[1] und vergleicht die Ergebnisse mit den durch Destillation in längerer Analysenzeit gewonnenen Zahlen.

Als innerer Standard wird Aceton verwendet. — *Arbeitsweise.* Es wurde das Gerät Podbielniak Chromacon No. 9475-3 V verwendet. Die Säule (Kupferrohr 1,80 m lang, 0,6 cm ∅) war mit Chromosorb (30—60 mesh) gefüllt, das mit 30% (Gw/Gw) Polyäthylenglykol 400 belegt war. Die Arbeitstemperatur betrug 100° C, die des Einlaßsystems 300° C. Als Trägergas wurde Helium mit einer Strömungsgeschwindigkeit von 75 ml/min verwendet (Eingangsdruck 1,05 atü). Die Messungen wurden mit einem Gow-Mac-Detektor (Mod. 9285) ausgeführt. Der Brown-Rekorder hatte einen Meßbereich von 2 mV.

[1] J. Amer. pharmac. Assoc., sci. Edit. **49**, 320—322 (1960). Eli Lilly & Co., Indianapolis, Ind. (USA). D. Jentzsch

Für die Papierchromatographie (P-chr) der Barbiturate (Bt) schlägt K. Macek[1] die Anwendung folgender *Arbeitsweise* vor: Man trägt die Lösung der Bt auf Streifen von Whatman Nr. 4-Papier auf, imprägniert diese nach dem Trocknen mit 50%iger äthanolischer Formamidlösung (Merck) und entwickelt nach 15 min langem Trocknen absteigend bei 20° C mit Chloroform (I), Benzol-Chloroform 1:1 (II) oder Benzol (III) während 1—3 Std. Dann trocknet man die P-chr bei 100° C, besprüht sie mit einer 0,0025%igen Fluoresceinlösung in 0,5 n Ammoniak und beobachtet das Verlöschen der Fluorescenz im Lichte einer Niederdruck-Quecksilberlampe (z. B. Chromatolite). Die eingesetzten Bt-Mengen sollen zwischen 5 und 10 μg betragen. Einer Tabelle im Original sind folgende R_f-Werte (Reihenfolge der Fließmittel I, II, III) entnommen: *Methyl-phenyl-Bt* 0,07; —; —. *Diäthyl-Bt* 0,13; —; —. *Äthyl-allyl-Bt* 0,17; — ;—. *Äthyl-phenyl-Bt* 0,17; —; —. *Diallyl-Bt* 0,18; —; —. *Äthyl-piperydil-Bt* 0,26; —; —. *Isopropyl-β-bromallyl-Bt* 0,27; —; —. *Isopropyl-allyl-Bt* 0,32; —; —. *Äthylcrotyl-Bt* 0,34; —; —. *Allyl-cyclopentenyl-Bt* 0,38; —; —. *Äthyl-cyclohexenyl-Bt* 0,42; —; —. *sec-Butyl-2-bromallyl-Bt* 0,43; —; —. *Äthyl-n-butyl-Bt* 0,43; —; —. *Äthyl-1-methylbutyl-Bt* 0,57; 0,27; 0,10. *Äthyl-isoamyl Bt* 0,57; 0,24; 0,10. *Allyl-2'-methylpropyl-thio-Bt* 0,72; 0,43; 0,25. *Allyl-cyclohexenyl-thio-Bt* 0,76; 0,45; 0,27. *Äthyl-1-methylbutyl-thio-Bt* 0,81; 0,55; 0,36. *N-Methyl-methyl-cyclohexenyl-thio-Bt* 0,87; 0,72; 0,48. *Methylthioäthyl-2'-pentyl-thio-Bt* 0,87; 0,67; 0,45. *N-Methyl-äthyl-phenyl-Bt* 0,89; 0,71; 0,52. *N-Methyl-isopropyl-β-bromallyl-Bt* 0,92; 0,82; 0,68. Bei Anwendung dieses Formamidsystems kommt die Regel vom additiven Einfluß der einzelnen Funktionsgruppen zum Ausdruck, so daß Gruppenkonstanten der Substituenten berechnet werden können. (Im Original sind die R_f-Werte weiterer Bt in Tabellen angegeben.)

[1] Arch. Pharmaz. Ber. dtsch. pharmaz. Ges. **293**, 545—550 (1960). Forschungsinst. Pharmaz. Biochem. Prag (ČSR). K. Söllner

Eine photometrische und eine UV-spektrophotometrische Bestimmungsmethode von N,N'-(Bis-methylchinolyl-methylsulfat-6)-harnstoff (Acaprin Bayer) beschreiben V. Špinková und J. Zýka[1] in Ergänzung ihrer früheren Mitteilung[2]. — *Photometrische Bestimmung.* Etwa 50 mg Standard-Acaprin werden mit etwa 12,5 ml 25%iger Salzsäure unter dem Rückflußkühler 6 Std gekocht. Nach dem Abkühlen wird die Lösung mit Wasser auf 50 ml aufgefüllt und dann in einem anderen Meßkolben mit Wasser 1:10 verdünnt. Aus der so gewonnenen Lösung werden in 6 Meßkolben (Inhalt 25 ml) 0,3, 0,4, 0,5, 0,6, 0,7 und 0,8 ml pipettiert und mit 1 ml 0,1%iger Natriumnitritlösung versetzt. Nach 1 min gibt man 1 ml 0,5%ige Ammoniumamidosulfonatlösung und nach wieder 1 min 1 ml 0,3%ige N-(1-Naphthyl)-äthylendiaminlösung zu, füllt mit Wasser zur Marke auf und mißt in 1 cm-Küvetten im Pulfrich-Photometer bei 530 nm. Im Konzentrationsbereich von 30—80 μg verläuft die Kurve linear. Unter Anwendung von 0,5 ml-Küvetten kann man die Messung von 80—140 μg Acaprin fortsetzen. Analog wird mit Acaprin-Injektionen gearbeitet,

von denen man 0,1 ml für eine Analyse verwendet, mit 2 ml 25%iger Salzsäure hydrolysiert, auf 25 ml auffüllt und 0,6 ml dieser Lösung wieder auf 25 ml verdünnt. — Die *UV-spektrophotometrische Bestimmung* kann in 0,01 n Salzsäure oder in 0,01 n Kalilauge durchgeführt werden. $E^{1\%}_{1\,cm}$ hat in der sauren Lösung bei 274 nm (Absorptionsmaximum) den Wert 139, in alkalischem Medium bei 275 nm den Wert 72. In alkalischem Medium sieht man an der Kurve noch eine Inflexion im Bereich von 285—290 nm. Die mittleren Bestimmungsfehler in Injektionen betragen in saurem Gebiet + 0,8%, in alkalischem Gebiet + 2%.

[1] Českoslov. Farmac. **9**, 75—78 (1960) [Tschechisch]. (Mit russ., engl. u. dtsch. Zus.fass.) Inst. f. Arzneimittelkontrolle und Univ. Prag. (ČSR). — [2] Špinková, V., u. J. Zýka: Českoslov. Farmac. **8**, 551 (1959); vgl. diese Z. **177**, 236 (1960). J. Stejskal

Zur säulenchromatographischen Bestimmung von Digitoxin in Fingerhutblättern haben F. Neuwald, H.-J. Didier und G. Grimmer[1] folgendes *Verfahren* ausgearbeitet: Man übergießt 1 g (genau gewogen) bei etwa 50° C bis zur Gewichtskonstanz getrocknete, grob gepulverte Digitalisblätter mit 100 ml dest. Wasser, gibt 0,5 g Calciumcarbonat in den Ansatz, läßt unter gelegentlichem Schütteln 24 Std bei 37° C stehen, filtriert dann durch einen angefeuchteten Wattebausch und wäscht den Rückstand 2mal mit je 10 ml Wasser nach. Den Auszug versetzt man mit 5 ml 10%iger wäßriger Bleiacetatlösung, filtriert nach gutem Mischen, wäscht den Filterrückstand 2mal mit je 10 ml Wasser und drückt das zusammengelegte Filter leicht aus. Nach Zusatz von 5 ml 10%iger wäßriger sek. Natriumphosphatlösung zum Filtrat gibt man dieses wieder durch ein Filter in einen 500 ml-Schütteltrichter und verfährt zum Waschen des Rückstandes wie vorher. Nun schüttelt man die wäßrige Lösung 3mal mit je 150 ml Chloroform DAB 6 aus, dampft die vereinigten Chloroformauszüge im Vakuum auf dem Wasserbad ein und trocknet den Eindampfrückstand bei etwa 60° C (R). Inzwischen stopft man in eine Chromatographierröhre nach Abb. 1 einen Wattebausch, füllt das Rohr bis zum Beginn der Kugel mit Benzol p. a. (Bl), füllt 0,5—0,55 g Aluminiumoxyd („Woelm" alkalifrei, Aktivitätsstufe I) unter leichtem Klopfen blasenfrei in die Röhre bis zu einer Höhe von genau 40 mm und läßt das Benzol bis knapp über die Spitze der Aluminiumoxydsäule abtropfen. Nun löst man R in 0,2 ml wasser- und alkoholfreiem Chloroform (Clf), überführt diese Lösung mittels einer Mikropipette auf die Kolonne, wäscht das Lösegefäß 2mal mit je 2,5 ml Clf aus, gibt zu der Spülflüssigkeit das gleiche Volumen Bl und bringt das Gemisch in die Kugel des Chromatographierohres. Man stellt dann deren Ablaufhahn auf einen Durchlauf von 30—40 Tr. je min ein und eluiert bei 20° C unter Nachspülen mit Clf/Bl [1:1 v/v] insgesamt 20 ml (Frakt. 1). Anschließend gibt man 10 ml Petroläther auf die Säule und sammelt 10 ml Eluat (Frakt. 2). Nach Aufbringen von 10 ml wassergesättigtem Clf sammelt man nochmals 10 ml (Frakt. 3), dann nach Einfüllen von 1% (v/v) Methanol p. a. enthaltendem Clf 5 ml Eluat (Frakt. 4). Die nun folgende, das Digitoxin enthaltende Fraktion 5 gewinnt man in einer Menge von 5 ml durch Aufgabe von 5 ml

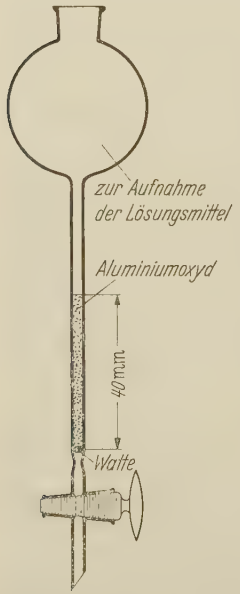


Abb. 1 Chromatographierohr zur Digitoxinbestimmung nach Neuwald u. Mitarb.

2% (v/v) Methanol p. a. enthaltendem Clf, wobei man das Eluat in einem 10 ml-Meßkölbchen auffängt. Weitere Fraktionen dienen gegebenenfalls zu papierchromatographischen Kontrollen (vgl. Original). Fraktion 5 verdünnt man mit Methanol p. a. auf 10 ml, überführt hiervon 2 mal je 1,0 ml in 2 Reagensgläser, verdampft im Wasserbad das Lösungsmittel und trocknet die Rückstände bei 80° C. Jedes der beiden Gläser sowie ein drittes Reagensglas als Blindprobe beschickt man mit je 10 ml Xanthydrol-Reagens (siehe unten), erwärmt genau 3 min im siedenden Wasserbad, kühlt unter fließendem Wasser auf 20° C ab und bestimmt die Extinktionen gegenüber dem Leeransatz in einer 1,0 cm-Küvette bei 532 nm in einem Spektrophotometer. Durch Vergleich mit den Extinktionen analog behandelter Lösungen von 50—250 µg Rein-Digitoxin ermittelt man den Gehalt der Droge an diesem Glykosid. — *Xanthydrol-Reagens.* Man löst unmittelbar vor Gebrauch 10 ml Xanthydrol p. a. in 100,0 ml Eisessig und gibt 1 ml Salzsäure (D 1,19) zu.

[1] Pharmac. Acta Helvetiae **35**, 87—95 (1960). Apotheke am Bleeck, Bad Bramstedt (Holstein) und Univ. Hamburg. K. Söllner

Über eine fluorimetrische Methode der Isonicotinsäurehydrazidbestimmung berichten T. Momose, Y. Ueda, Y. Mukai und K. Watanabe[1]. Hydrazin gibt mit *2-Hydroxy-1-naphthaldehyd* in verd. Schwefelsäure Aldazin, das eine stark gelbgrüne Fluorescenz aufweist. Da Isonicotinsäurehydrazid mit Natronlauge leicht zu hydrolysieren ist, läßt es sich mit dieser Methode ebenfalls bestimmen. Die Nachweisgrenze liegt für Hydrazin bei 0,01 µg in 1 Tr. Wasser und für Isonicotinsäurehydrazid bei 0,1 µg. Das Fluorescenzmaximum für Aldazin liegt bei 534 nm. Von 0,02—0,8 µg/ml (Hydrazin) bzw. von 0,4—12,5 µg/ml (Isonicotinsäurehydrazid) herrscht lineare Abhängigkeit der Intensität von der Konzentration. Eine Anzahl Substanzen wurden auf ihre reaktionsstörenden Eigenschaften geprüft. Nur Phenol und Essigsäure ergaben verminderte Werte.

[1] J. pharmac. Soc. Japan **80**, 225—228 (1960) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.) Univ. Kyushu (Japan). B. Rossmann

Die Reaktion zwischen N-haltigen organischen Verbindungen, vor allem Alkaloiden, und Wismutnitrat in Gegenwart von Kaliumjodid wurde von M. Bobtelsky und M. M. Cohen[1] *heterometrisch* in der aus vielen früheren Mitteilungen bekannten Art untersucht. Folgende organische Verbindungen wurden geprüft: *Nitron, Chinin, Cinchonin, Strychnin, Spartein, Papaverin, Rivanol, Acriflavin, Phenanthrolin, Antipyrin* und *Atropin.* Das Verfahren eignet sich sowohl zur titrimetrischen Bestimmung von Alkaloiden usw. als auch umgekehrt zur Bestimmung von Wismut. Je nachdem ob mit Jodid, Wismutnitrat oder organischer Substanz titriert wird, unterscheidet sich das Endprodukt in der stöchiometrischen Zusammensetzung. — *Arbeitsweise.* 0,5—1 mg Alkaloid in 10 (oder 20 ml) wäßriger Lösung, die 1 ml 1 m Salpetersäure und 2 ml 0,1 m KJ-Lösung enthält, werden mit 0,001—0,0015 m Wismutnitratlösung bei 20° C titriert. — Das erste Maximum der optischen Dichte liegt bei dem Verbindungstyp BiA; lediglich bei Chinin, Cinchonin, Spartein und Antipyrin liegt der Endpunkt bei dem Verhältnis Bi_2A. Die Empfindlichkeit der Reaktion ist am größten bei Molekülen, die zwei getrennte Ringe mit je einem N-Atom besitzen (z. B. Chinin), danach bei Verbindungen mit einem großen Gerüst und einem N-Atom. Am unempfindlichsten ($^1/_4$ der Empfindlichkeit des Nitron oder Chinon) sind Antipyrin und Atropin. — Wird in analoger Weise, wie oben, vorgelegtes Wismutnitrat in Gegenwart von Kaliumjodid mit Alkaloidlösungen titriert, so findet man das Verhältnis Bi : A = 1:1, außer bei Chinin, Cinchonin und Spartein, die Bi_2A bilden. Die Unterschiede der Empfindlichkeit sind hier bedeutend geringer als bei der umgekehrten Titration. Schon die

doppelte Menge Wismut, die von Nitron erfaßt wird, wird vom unempfindlichsten Alkaloid, Atropin, gefällt. — Wird hingegen ein Gemisch von Wismutnitrat und Alkaloid mit Kaliumjodid titriert, so findet man im Endprodukt Bi:J = 1:8, außer bei Phenanthrolin (1:4) und Nitron (1:20, bei Nitronüberschuß 1:10). Eine größere Zahl von intermediär gebildeten Verbindungen wurde bei den einzelnen Titrationsarten festgestellt, und je nach Aufbau der organischen Verbindungen ergeben sich bestimmte Reaktionsfolgen.

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **22**, 270—283 (1960). Hebrew Univ., Jerusalem (Israel). R. Hönigschmid-Grossich

Reaktionen von Alkaloiden und anderen stickstoffhaltigen Basen mit Tetraphenyloborat. Für eine heterometrische Untersuchung werden von M. Bobtelsky und M. M. Cohen[1] *Alkaloide und andere komplizierte stickstoffhaltige Verbindungen mit Tetraphenyloborat in Kaliumjodidlösung umgesetzt* anstatt wie früher mit Wismutnitrat. Die Empfindlichkeit des Tetraphenyloborats gegen basische heterocyclische Stickstoffverbindungen ist zwar dreimal geringer als die von Wismut, aber das Tetraphenyloborat hat den Vorteil, daß es auch bei einem höheren p_H und in höheren Konzentrationen anwendbar ist als das Wismutnitrat, bei dem Wismutjodid ausgefällt wird. Es wurden 13 Stickstoffverbindungen untersucht und dabei festgestellt, daß die empfindlichsten Substanzen für beide Verfahren *Nitron, Cinchonin und Chinin* sind; weniger empfindlich sind *Antipyrin* und *Atropin*, während *Acriflavin* auf Wismutionen am wenigsten anspricht. Für die Bestimmung von *Acriflavin, Nitron, Cinchonin* und *Phenanthrolin* benötigt man 1 mg des Alkaloids in 20 ml Lösung, bei *Chinin, Strychnin, Papaverin* und *Spartein* $\approx$ 2 mg, bei *Antipyrin* und *Atropin* $\approx$ 4 mg. Mit Ausnahme von *Cinchonin* und *Chinin* erhält man bei allen p_H-Werten zwischen 1 und 9 dieselben Endprodukte. Der p_H-Wert der Lösung spielt eine doppelte Rolle: Niedere p_H-Werte begünstigen die Funktion der N-Atome als Kationen, haben aber ein Ansteigen der Löslichkeit des Salzes zur Folge. Bei $p_H \approx 5$ entsteht bei Antipyrin, bei $p_H \approx 7$ bei Phenanthrolin oder Pyramidon keine Fällung. Da Atropin bei $p_H \approx 7$ in Lösung bleibt, kann auch ein Atropingemisch titriert werden. Alle Endprodukte der Reaktion sind reguläre Salze, es bilden sich keine Komplexe, und zwar erhält man Salze von 4 verschiedenen Typen: $A_2(TPB)$, $A(TPB)$, $A_2(TPB)_3$ und $A(TPB)_2$. Bei Chinin und Cinchonin ist das Endprodukt vom p_H-Wert abhängig; bei p_H 7—9 bildet sich $A_2(TPB)_3$ [stöchiometrisches Gemisch aus $A(TPB)$ und $A(TPB)_2$], bei p_H 1—5 bildet sich $A(TPB)_2$. Diese Verbindung entsteht auch mit Spartein bei niedrigem p_H-Wert. Antipyrin und *Oxin* geben $A_2(TPB)$, während bei der umgekehrten Titration von Oxin bei $p_H \approx 1$ das Endprodukt $A(TPB)$ und bei $p_H \approx 7$ $A_2(TPB)$ entsteht. Nitron, Pyramidon, Phenanthrolin, Antipyrin und Atropin bilden $A(TPB)$. Die meist unlöslichen Zwischenprodukte, die bei der Titration von Alkaloiden mit TPB entstehen, haben verschiedene Zusammensetzungen. — *Ausführung.* 1—4 mg Probe in 20 ml einer wäßrigen Lösung, die 2 ml n Essigsäure oder 1 ml 1 n Salzsäure enthält, werden mit einer 0,001 bis 0,005 m wäßrigen Lösung von Natriumtetraphenyloborat titriert. Hexamethylentetramin oder Coffein etc. können mit Tetraphenyloborat nur in höheren Konzentrationen titriert werden.

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **22**, 328—338 (1960). Hebrew Univ. Jerusalem (Israel). Liselott Johannsen

Alkaloide. [*Über die plattenchromatographische Trennung von Alkaloiden* berichten K. Teichert, E. Mutschler und H. Rochelmeyer[1] in einer 3. Mitteilung[2]. Auf formamidgetränkten Cellulosepulverplatten und alkalischen Kieselgelplatten gelingt mit verschiedenen Laufmittelsystemen eine gute Auftrennung

der *Belladonna-*, *Rauwolfia-*, *Opium-*, *Lobelia-* und *wasserdampfflüchtigen Alkaloide.* Die Versuche sind genau beschrieben, und die Herstellung der Platten und Reagentien angegeben. Die Ergebnisse sind in Tabellen zusammengestellt und mit Abbildungen belegt.

[1] Dtsch. Apotheker-Ztg. **100**, 477—479 (1960). Univ. Mainz. — [2] Frühere Mitteilungen vgl. **178**, 49 (1960). E. Müller, Würzburg

Die elektrophoretische Verteilung der Alkaloide in den offizinellen Tinkturen und Extrakten aus Chinarinde, Brechwurzel, Strychnos und Opium führen M. Šáršúnová und J. Menkynová[1] unter Anwendung folgender *Arbeitsweise* durch: Man verdünnt die galenischen Zubereitungen mit 60%igem Äthanol und trägt mit einer Mikropipette die 25—30 μg Gesamtalkaloid entsprechenden Mengen der Verdünnungen auf 3,5 cm breite und 31 cm lange Streifen von Whatman Nr. 1-Papier auf. In einem Elektrophorese-Apparat vom Labyrinth-Typus der Größe $28 \times 8 \times 18$ cm taucht man beide Enden der Streifen in eine Pufferlösung und legt für die Dauer von 6 Std ein Potential von 11,6 V/cm an. Die Pufferlösungen stellt man zwischen den p_H-Werten 3—11 mit Unterschieden von je 0,4 E nach Sörensen (entspr. der Vorschrift des Tschechoslovakischen Arzneibuches) her, wobei man die Lösungen zwischen p_H 7—11 im Verhältnis 1:2 mit dest. Wasser verdünnt. Zur Sichtbarmachung der Alkaloidbänder besprüht man die luftgetrockneten Elektrophorogramme bis p_H 7 mit Dragendorff — über p_H 7 mit dem nach Munier modifizierten Reagens (siehe unten). Aus einer im Original befindlichen Tabelle ist ersichtlich, daß die optimale Auftrennung der *China-Alkaloide* bei p_H 8,6—9, die der *Ipecacuanha-Alkaloide* bei den p_H-Werten 6,6 oder 7,4, am besten bei p_H 8,6 stattfindet. Die *Strychnos-Alkaloide* verhalten sich im gesamten angewendeten p_H-Bereich annähernd gleichmäßig, während die *Opium-Alkaloide* bei p_H 9,4 und p_H 9,8 optimale Verteilung zeigen. — *Dragendorff-Reagens.* Man löst 850 mg basisches Wismutnitrat unter Zusatz von 10 ml Essigsäure in 40 ml Wasser, mischt mit einer Lösung von 8 g Kaliumjodid in 20 ml dest. Wasser und verdünnt vor dem Gebrauch 10 ml des Reagenses mit 20 ml Essigsäure und 10 ml Wasser. — *Munier-Reagens.* 17 g basisches Wismutnitrat und 200 g Weinsäure löst man in 800 ml Wasser, mischt mit einer Lösung von 160 g Kaliumjodid in 400 ml Wasser und verdünnt für den Gebrauch 50 ml der Standardlösung mit 100 g Weinsäure und 500 ml Wasser.

[1] Pharmazie **15**, 161—163 (1960). Kreiskontrollab. d. Kreisapothekerabt. Bratislava (ČSR). K. Söllner

Oscillopolarographische Bestimmung von Chinin-Alkaloiden. L. Molnár und K. Molnárová[1] untersuchen in Ergänzung ihrer früheren Versuche[2] den Zusammenhang zwischen der Gestalt des Oscillogramms und der Konstitution der Chinin-Alkaloide und ihrer Derivate. Sämtliche Substanzen der studierten Körperklasse geben im n-LiCl-Elektrolyt ein im Prinzip ähnliches Oscillogramm, das durch drei Einkerbungen A, B, C charakterisiert ist. Die Einkerbungen B und C entsprechen der Reduktion der Doppelbindung $>C=N-$ im Chinolinring, die Einkerbung A besitzt dagegen einen typischen Kapazitätscharakter. — Die Einkerbung C vertieft sich, sobald der Substituent am Kohlenstoff 6 des Chinolinrings eine Methoxy-, Äthoxy-, OH-Gruppe oder ein Säurerest ist (Chinin, Chinidin, Hydrochinin, Cuprein, Optochin, Euchinin, Aristochin). Wenn der Kohlenstoff 6 nicht substituiert ist (Cinchonin, Cinchonidin), sind die beiden Einkerbungen C und B vertieft; die Einkerbung B besitzt in diesem Fall bei Konzentrationen von $> 10^{-4}$ Mol des zu untersuchenden Alkaloids größere Tiefe als die Einkerbung C. Ist das genannte Kohlenstoffatom schließlich durch die Isoamyloxy- bzw. Isooctyloxylgruppe

substituiert *(Eucupin, Vusin)*, vertieft sich von den drei Einkerbungen nur die Einkerbung B. — Die Gestalt des Oscillogramms wird außerdem auch durch die Kettenlänge des Substituenten am Kohlenstoff 6 zweitrangig beeinflußt.

[1] Chem. Zvesti **14**, 21—31 (1960) [Slowakisch]. (Mit dtsch. Zus.fass.) Chem. Inst., Akad. Wiss., Bratislava (ČSR). — [2] Molnár, L.: Acta chim. Acad. Sci. Hung. **9**, 275 (1956); vgl. diese Z. **160**, 207 (1958); Molnár, L., u. K. Molnárová: Chem. Zvesti **11**, 259 (1957); vgl. diese Z. **162**, 219 (1958). M. Hřivnáč

Zur colorimetrischen Bestimmung von Estern der Veratrum-Alkaloide schlagen L. Molnár und E. Domková[1] eine Modifikation der Arbeitsweise von A. Arlington und T. S. Forist[2] vor. Der Ester wird in Anwesenheit von Hydroxylamin alkalisch hydrolysiert, die entstandene Hydroxamsäure wird in Form ihres Farbkomplexes mit Eisen(III) bei der Wellenlänge des Absorptionsmaximums (etwa 535 nm) gemessen. Das Beersche Gesetz ist im Konzentrationsbereich von 4—30 mg Ester/100 ml Lösung erfüllt. Die Absorptionskurven von amorphen Estergemischen und reinem Protoveratrin sind identisch. — *Ausführung.* Die Lösung von 2 mg reinem Ester oder Probe in 1—2 ml absol. Äthanol wird mit 3 ml frisch bereiteter alkalischer Hydroxylaminlösung (siehe unten) 30 min in einem Wasserbade von 50° C erwärmt, dann abgekühlt und mit der Lösung von $Fe(ClO_4)_3$ (siehe unten) auf 25 ml aufgefüllt. Nach 40 min Stehen im Dunkeln wird im Pulfrich-Photometer (1 cm-Küvette, Filter S 53) gegen die Lösung der Reagentien gemessen. Bei der Untersuchung von Tabletten muß man den Wirkstoff zuerst mit Chloroform extrahieren. Der Bestimmungsfehler beträgt maximal $\pm$ 2%. — *Alkalische Hydroxylaminlösung.* Man mischt je 25 ml 12,5%iger Lösungen von $NH_2OH \cdot HCl$ und NaOH in absolutem Methanol, filtriert von ausgeschiedenem NaCl und verwendet das klare Filtrat spätestens 6—8 Std nach der Herstellung. — *Eisen(III)-perchloratlösung.* Man löst 0,8 g Ferrum reductum vorsichtig in 10 ml 70%iger Perchlorsäure, verdampft fast zur Trockne und füllt dann im 100 ml-Meßkolben mit absolutem Äthanol zur Marke auf. Zur Verwendung als Reagens verdünnt man 20 ml dieser Stammlösung im 500 ml-Meßkolben mit etwa 250 ml absolutem Äthanol, setzt unter Kühlen 8 ml 70%ige Perchlorsäure zu und ergänzt mit abs. Äthanol zu Marke.

[1] Československ. Farmac. **9**, 63—66 (1960) [Slowakisch]. (Mit russ., engl. u. dtsch. Zus.fass.) Chem. Inst. Akad. Wiss. Bratislava (ČSR). — [2] J. Amer. pharmac. Assoc. sci. Edit. **47**, 520 (1958). Z. Stejskal

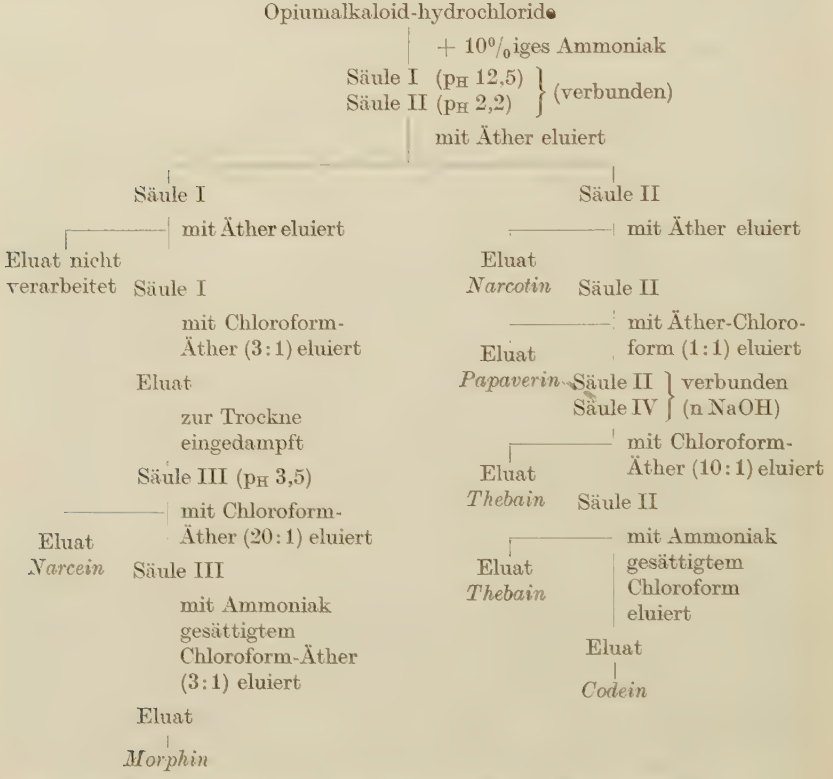
Zur colorimetrischen Bestimmung der Ipecacuanha-Alkaloide in pharmazeutischen Zubereitungen empfehlen I. Corubolo und T. Bicán-Fister[1] folgende *Arbeitsweise: Aufstellung der Eichkurve.* Man versetzt je 5 ml der Lösungen von Emetinhydrochlorid mit Gehalten von 0,1—0,4 mg Alkaloidbase mit 5 ml Pufferlösung von p_H 6, hergestellt durch Mischen von 0,9 ml Eisessig und 50 ml 40%iger Natriumacetatlösung und mit 2 ml 0,1 n Jodlösung, bringt für 10 min in ein Wasserbad von 50—60° C, setzt dem wieder abgekühlten Reaktionsgemisch 3 ml 0,1 n Natriumthiosulfatlösung und 10 ml 96%iges Äthanol zu und ermittelt die Intensität der entstandenen Gelbfärbung in einem Elko II-Photometer in 1 cm-Küvetten unter Vorschalten des Filters S 42 (420 nm). Die in ein Koordinatensystem eingetragenen Extinktionswerte ergeben innerhalb der angegebenen Alkaloidmengen eine Gerade. Bei Verwendung von Cephaelinhydrochlorid werden die gleichen Extinktionswerte erhalten. — *Ipecacuanha-Reinalkaloide und deren Zubereitungen* analysiert man auf analoge Weise unter Verwendung ihrer wäßrigen Lösungen bzw. Auszüge. Zur Ermittlung des *Gesamt-Alkaloidgehaltes von Radix Ipecacuanhae* übergießt man in einem 50 ml-Erlenmeyer-Kolben 1 g der feingepulverten Droge mit 1 ml 10%igem Ammoniak und 25 ml Äther, schüttelt 30 min lang kräftig durch, klärt den Äther-

auszug durch Schütteln mit 0,5 g Traganthpulver und überführt 5 ml der Ätherlösung in einen 100 ml-Meßkolben. Nach völligem Verdampfen des Äthers auf dem Wasserbad löst man den Rückstand in 2 ml Äthanol, gibt 5 ml 0,1 n Salzsäure zu, füllt mit Wasser bis zur Marke auf, filtriert und untersucht nach Verwerfen der ersten Hälfte des Filtrates 5 ml des Restes nach dem beschriebenen Verfahren. 5 ml des gleichen Filtrates colorimetriert man ohne Zusatz der Reagentien als Blindwert. — Zur *Bestimmung des Emetingehaltes der* Wurzel schüttelt man 10 ml des gleichen Ätherauszuges mit 5, 5 und 3 ml 1 n Natronlauge aus. Die vereinigten alkalischen Auszüge schüttelt man erneut mit 15 ml Äther aus, verdampft dann beide Ätherextrakte in einem 100 ml-Meßkolben zur Trockne, nimmt den Rückstand in 2 ml Äthanol auf, gibt 5 ml 0,5 n Salzsäure zu und verfährt weiter wie beschrieben. — Von *Infusum Ipecacuanhae* schüttelt man 60 g nach Zusatz von 1 ml Ammoniak 25 min lang kräftig mit 80 ml Äther, trennt diesen ab, schüttelt nochmals 15 min mit 70 ml Äther aus, verdampft die vereinigten Auszüge zur Trockne, löst den Rückstand unter 3 min langem Erwärmen in 2 ml Äthanol, gibt 5 ml 1 n Salzsäure zu, füllt mit Wasser auf 100 ml auf und verfährt weiter wie beschrieben. Zur Bestimmung der *Gesamtalkaloide von Tinctura Ipecacuanhae* verarbeitet man 5 ml der wäßrigen Verdünnung 1 : 50 auf die beschriebene Weise. Soll zusätzlich eine Emetinbestimmung durchgeführt werden, so schüttelt man 10 g der Tinktur nach Zusatz von 1 ml Ammoniak mit 25 ml Äther aus, trocknet die abgehobene Ätherschicht durch Schütteln mit 0,5 g Traganth, verdampft 10 ml der Ätherlösung zur Trockne, löst den Rückstand in 2 ml Äthanol und füllt nach Zusatz von 0,5 ml Salzsäure auf 100 ml auf. Die Gesamt-Alkaloidbestimmung erfolgt nach dem beschriebenen Verfahren. Zur Emetinbestimmung schüttelt man weitere 10 ml Ätherextrakt mit 5, 5 und 3 ml 1 n Natronlauge aus und verfährt weiter wie bei Radix Ipecacuanhae. — Von *Extractum Ipecacuanhae* löst man 1 g in 100 ml Wasser und bestimmt wie beschrieben mit 5 ml dieser Lösung den Gesamtgehalt an Alkaloiden unter gleichzeitiger Messung der Extinktion der unbehandelten Verdünnung der gleichen Extraktlösung als Leerwert. Zur Emetinbestimmung schüttelt man 3 g Extrakt mit 1 ml Ammoniak und 25 ml Äther 30 min lang kräftig durch und verarbeitet den Ätherauszug nach Vorbehandlung mit 0,5 g Traganth wie bei der Tinktur. Nach gleichem Verfahren erfolgt die Alkaloidbestimmung in *Sirupus Ipecacuanhae*, von dem man 10 g mit Wasser auf 100 ml verdünnt. — Die Gehaltsbestimmung von Pulvis Ipecacuanhae opiatus kann dagegen nicht nach dem beschriebenen Verfahren ausgeführt werden (Tabellen im Original).

[1] Pharmazie **14**, 557—563 (1959). Inst. Forsch. Kontrolle Arzneimittel, Zagreb (Jugoslawien). K. Söllner

Für die chromatographische Auftrennung der Opium-Alkaloide Morphin, Narcotin, Papaverin, Thebain, Codein und Narcein haben S. Kori, Y. Tamaki und M. Fujita[1] ein Mehrsäulenverfahren ausgearbeitet. — *Vorbereitung der Adsorptionssäulen.* Man wäscht 200 g Celite 545 10 min lang mit 2 l verd. Salzsäure, spült mit 7 l dest. Wasser säurefrei und trocknet bei 100° C. Von 4 Chromatographieröhren (Durchmesser 17 mm) mit angeschmolzenem Kühlmantel füllt man drei je 350 mm, die vierte 250 mm hoch mit dem gereinigten Adsorptionsmittel. Säule I imprägniert man durch Durchlaufenlassen einer Mischung von 25 ml 0,5 n Natronlauge und 20 ml 0,5 m Na_2HPO_4-Lösung (p_H 12,5). Säule II behandelt man auf gleiche Weise mit einer Mischung von 20 ml 0,5 n Phosphorsäure und 30 ml 0,5 m KH_2PO_4-Lösung. Ihr Inhalt zeigt dann p_H 2,2. Säule III stellt man auf p_H 3,5 ein, während man die Füllung der Säule IV mit 1 n Natronlauge behandelt. Während der chromatographischen Trennung hält man die Temperatur der Kolonnen auf 20 ± 2° C. Nach der Isolierung der einzelnen Alkaloide bestimmt man diese quantitativ durch

nichtwäßrige Titration mit 0,005 n p-Toluolsulfonsäure in Isopropanol mit Diphenylguanidin als Indicator. Zur Trennung löst man etwa 100 mg der in natürlichem Mischungsverhältnis vorliegenden Alkaloidhydrochloride in etwas Wasser und verfährt weiter nach folgendem Schema:



Die Elutionskurven und Wertetabellen sind im Original wiedergegeben.

[1] J. pharmac. Soc. Japan **80**, 196—200 (1960) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.) Osaka, Plant Dainippon Pharmac. Co., Ltd. (Japan). K. SÖLLNER

Zur mikrochemischen Bestimmung des Morphingehalts reifer Mohnkapseln mittels einer nephelometrischen Methode nützen E. KOPP, E. KOTILLA und K. CSEDÖ[1] die Tatsache aus, daß mit Ammoniummolybdatlösung nur die Nebenalkaloide ausfallen. Das Morphin kann im Filtrat mit Ammoniumvanadat gefällt und die Trübung gemessen werden. Die Eichkurve ist nur im Bereich von 4—12 μg ml gerade. Man stellt deshalb zunächst den ungefähren Morphingehalt fest. — *Arbeitsweise.* Man wägt 1 g mittelfein gepulverte Mohnkapseln genau ab, gibt die Probe in einen 100 ml-Meßkolben, versetzt mit 95 ml Wasser und 0,2 ml 10%iger Salpetersäure und läßt unter häufigem Schütteln 1—2 Std stehen. Dann fügt man 3 ml Bleiessig hinzu, füllt zur Marke auf, schüttelt und filtriert durch ein Faltenfilter. Das überschüssige Bleisalz wird durch Umsetzung mit 2 ml 10%iger Natriumsulfatlösung vollständig entfernt. Von dem klaren Filtrat (A) gibt man 5 ml in ein Reagensglas und setzt 0,5 ml 10%ige Salpetersäure und 0,2 ml 10%ige Ammonium-

molybdatlösung zu. Ein nach halbstundigem Stehen sich bildender Niederschlag wird über ein kleines, angefeuchtetes Filter abfiltriert. Zum klaren Filtrat gibt man 0,8 ml kaltgesätt. Ammoniumvanadatlösung und vergleicht die nach 1stündigem Stehen eintretende Trübung mit einer Reihe von Vergleichstrübungen, mit deren Hilfe man den ungefähren Gehalt der Probe ermittelt. — Den Rest des Filtrats A oder eine Menge mit etwa 1000 μg Morphinbase benutzt man für die genaue Bestimmung. Die Lösung wird auf 100 ml verdünnt. 35 ml der Verdünnung werden mit 5 ml 10%iger Salpetersäure und 2 ml 10%iger Ammoniummolybdatlösung versetzt und nach $^1/_2$ Std filtriert. Man versetzt das klare Filtrat mit 8 ml Vanadatlösung und mißt die Trübung im Pulfrich-Photometer mit Mattglas Nr. 4 und grünem Farbfilter L 2. Im oben angegebenen Konzentrationsbereich kann man die Konzentration an Morphin (c) aus der gemessenen relativen Trübung (R) und der Einwaage a nach der Gleichung $c = 4{,}00 - (R - 70) \cdot 0{,}0163/70\,a$ Prozent errechnen.

[1] Pharmazie **14**, 263—265 (1959). Med.-pharmaz. Inst., Tirgu Mures (Rumänien).
JOHANNA SEPP

Über die Bestimmung des Morphins in Opium berichtet C. A. TEIJGELER[1] in einer vorläufigen Mitteilung. Bei einer Überprüfung der in der holländischen Pharmacopoe (6. Aufl.) angegebenen Methode stellt Verf. fest, daß bei Verwendung von Aluminiumoxyd „Brockmann" eine teilweise Fällung der Morphinbase erfolgt. Aluminiumoxyd „Woelm" bedingt Mitfällung von Aluminiumhydroxyd sowie von Codein. Eine Fällungszeit von 6 Std ist nicht ausreichend, die Wartezeit nach Zugabe von Chlordinitrobenzol soll 24 Std betragen. Weitere Untersuchungen des Verf. zwecks Auffinden einer geeigneteren Methode sind noch im Gange.

[1] Pharmac. Weekbl. **94**, 201—209 (1959) [Holländisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Rijksinst. Pharmac.-therapeut. Onderzoek Leiden (Holland). H. GARSCHAGEN

Eine schnelle und empfindliche Methode zur Bestimmung von Apomorphin teilen P. N. KAUL, E. BROCHMANN-HANSSEN und E. L. WAY[1] mit. Die Verbindung wird mit $HgCl_2$ oxydiert und das Oxydationsprodukt im UV bei 330 nm spektrophotometriert. Das Beersche Gesetz ist von 0—120 μg gültig. Catechin, Epinephrin, Norepinephrin und Dihydroxyphenylalanin stören nicht. Es können noch 0,1 μg Apomorphin bestimmt werden. — *Ausführung.* 4 ml Probelösung mit 15—30 μg/ml Apomorphin werden in einem 50 ml-Zentrifugenröhrchen mit Schliffstopfen mit 1 ml McIlvaine-Pufferlösung (p_H 6,0) und 3 Tr. 5%iger Quecksilber(II)-chloridlösung versetzt, in einem Wasserbad 3—4 min auf 70° C erhitzt und unter fließendem Wasser abgekühlt. Dann schüttelt man mit genau 10 ml Isoamylacetat 1 min aus, zentrifugiert und mißt die Extinktion der organischen Phase bei 330 nm im Cary-Spektrophotometer, Modell 11. — Zur *Bestimmung in Injektionslösungen und Tabletten* ist diese Vorschrift direkt geeignet. Bei der *Bestimmung in komplizierteren Zubereitungen oder biologischen Flüssigkeiten* wird zuerst eine Extraktion durchgeführt: 4 ml der verd. Probelösung werden in einem Scheidetrichter mit 10%igem Ammoniak auf p_H 6—7 gebracht, mit 20 ml Äthylacetat versetzt und 2 min geschüttelt. Man trennt die Phasen, schüttelt die organische Phase mit 1 ml Wasser und gibt diese zur wäßrigen Phase. Die wäßrige Schicht wird mit 10 ml Äthylacetat extrahiert. Diese organische Phase wird ebenfalls mit 1 ml Wasser ausgewaschen. Jetzt vereinigt man alle wäßrigen und alle organischen Phasen. Die wäßrige Lösung wird noch ein 3. Mal mit 5 ml Äthylacetat ausgeschüttelt. Alle vereinigten Äthylacetatlösungen werden 3mal je 2 min mit 5 ml, 3 ml und 2 ml 0,05 n Salzsäure ausgeschüttelt. Die sauren Auszüge werden in einem 10 ml-Meßkolben gesammelt und mit Säure

aufgefüllt. 4 ml dieser Lösung werden zur Bestimmung wie oben behandelt. Dabei verwendet man einen McIlvaine-Puffer von der 5fachen Stärke und pH 6,4.

[1] J. Amer. pharmac. Assoc., sci. Edit. **48**, 638–641 (1959). School Med., Calif. (USA).
MARGOT ZIMMERMANN

Reserpin zeigt in chloroformiger Lösung im UV-Licht Fluorescenz, so daß man diese Eigenschaft zur quantitativen Bestimmung benutzen könnte, wie E. KAHANE und M. KAHANE[1] zeigen. Besser ist es aber, die Absorption im UV-Licht zu benutzen. Die Absorptionskurven haben bei 268 nm ein Maximum, bei dem die Extinktion eine lineare Funktion des Gehaltes ist. Die Chloroformlösungen von Reserpin verfärben sich allmählich gelb und dabei nimmt der Gehalt an Reserpin ab. Eine weitere Verfärbung ist bei Einwirkung von UV-Bestrahlung zu beobachten, sie ist von der Veränderung der chloroformigen Lösungen und deren Verdünnung verschieden. Sie beruht nicht auf einer Hydrolyse zu Trimethoxybenzoesäure und Reserpinsäure. Die gebildeten Produkte lassen sich aus der chloroformigen Lösung durch Chromatographie über eine Cellulosepulversäule aus Hyflosupercel abtrennen, wobei das reine Reserpin im Ablauf quantitativ bestimmt werden kann. Das geeignetste Lösungsmittel für Reserpin ist Methanol; Dioxan und Essigsäure sind weniger geeignet.

[1] Ann. pharmac. franç. **16**, 726–737 (1958). Fac. Sci., Montpellier (Frankreich).
B. ROSSMANN

Für die spektrophotometrische bzw. fluorimetrische Bestimmung geeignete Farbreaktionen des Ergotamin (Eg) beschreiben H. WACHSMUTH und L. VAN KOECKHOVEN[1]. I. Man versetzt 5–100 μg Eg mit 0,035 ml einer Lösung von 100 mg Piperonal in 2 ml Äthanol, gibt 6 ml 36,5%ige Salzsäure (D 1,19) zu und bestimmt nach 60 min langem Stehen im Beckman-Colorimeter in einer 10 mm-Küvette die Extinktion bei 560 nm. II. 0,16–2 μg Eg versetzt man mit 0,015 ml einer Lösung von 10 mg o-Phthaldialdehyd in 2 ml Äthanol und anschließend mit 0,5 ml 36,5%iger Salzsäure, verdünnt nach 60 min langem Stehen mit 19,5 ml Wasser, alkalisiert mit 1 ml 40%iger Natronlauge und ermittelt die Fluorescenzintensität. Mit dieser Reaktion läßt sich Eg noch in Verdünnungen von 1:150 Millionen nachweisen. III. 25–200 μg Eg löst man in 4 ml Essigsäure, gibt 2 ml einer Mischung von 0,5 ml 50%iger wäßriger Natriummolybdatlösung mit 50 ml Essigsäure zu, versetzt dann mit 1 ml einer Mischung von 30 Volumen konz. Schwefelsäure und 70 Volumen Essigsäure und bestimmt nach 60 min Wartezeit die Extinktion des Ansatzes bei 690 nm (Tabellen mit Analysenwerten im Original).

[1] J. Pharmac. Belgique N.S., **14**, 461–462 (1959). Hôpital Stuivenberg, Anvers (Belgien).
K. SÖLLNER

Zwei colorimetrische Verfahren zur Bestimmung von Pilocarpinhydrochlorid (Pc) werden von H. WACHSMUTH und L. VAN KOECKHOVEN[1] empfohlen. — *Arbeitsweise.* I. 20–160 μg Pc versetzt man mit 0,4 ml einer 0,5‰igen Lösung (200 μg) von 2,4-Fluorodinitrobenzol in Alkohol und dampft zur Trockne ein. Dann löst man den Rückstand in 10 ml einer Mischung aus 75 ml Alkohol, 75 ml Pyridin und 7,5 ml 1%iger wäßriger Natronlauge und bestimmt sofort die Extinktion der Lösung bei 490 nm gegen einen Leeransatz der Reagentien. Diese Farbreaktion ist auch für die colorimetrische *Bestimmung von Novocain, Novesin und Nicotin* anwendbar. II. 1 ml einer wäßrigen oder alkoholischen, 100–1000 μg Pc enthaltenden Lösung versetzt man mit 1 ml 4%iger wäßriger Hydroxylaminchlorhydratlösung und mit 1 ml 1 n Natronlauge, fügt nach 10 min 1 ml 1 n Schwefelsäure und 0,10 ml 30%ige Eisen(III)-chloridlösung zu und ermittelt unmittelbar

danach die Extinktion des Reaktionsansatzes bei 500 nm. Die Reaktion beruht auf der Bildung einer Hydroxamsäure aus der durch Alkalieinwirkung aus Pc entstehenden Pilocarpinsäure (Wertetabellen im Original).

[1] Pharmac. Belgique N.S. **14**, 456—458 (1959). Hôpital Stuivenberg, Anvers (Belgien). K. Söllner

Die colorimetrische Bestimmung von Aconitin (I), Anaesthesin (II), Cocain (III), Novocain (IV), Pantocain (V), Heroin (VI), Penicillin (VII) und Santonin (VIII) durch Bildung von Hydroxamaten kann nach H. Wachsmuth und L. van Koeckhoven[1] mit folgendem *Verfahren* durchgeführt werden[2]: Man versetzt 1 ml der wäßrigen oder alkoholischen, 250—2000 μg einer der genannten Substanzen enthaltenden Lösung mit 1 ml 4%iger wäßriger Hydroxylaminhydrochloridlösung und mit 1 ml 1 n Natronlauge und läßt bei I 10 min, bei II 60 min, bei III 10 min, bei IV 30 min, bei V 30 min, bei VI 20 min, bei VII 15 min und bei VIII 2 min lang reagieren. Dann fügt man der Reaktionslösung 1 ml 1 n Schwefelsäure zu, versetzt unmittelbar danach mit 0,1 ml 30%iger Eisen(III)-chloridlösung und ermittelt die Extinktion bei 500 nm in einem Bausch und Lomb-Gerät.

[1] J. Pharmac. Belgique N.S. **14**, 459—460 (1959). Hôpital Stuivenberg, Anvers (Belgien). — [2] Vgl. das vorstehende Referat. K. Söllner

Ein spektrophotometrisches Verfahren zur Bestimmung von N-Methyl-β-phenyläthylamin (MPA), dem Alkaloid von Acacia berlandieri, beschreiben B. J. Camp und J. A. Moore[1]. — *Arbeitsweise.* Zur Aufstellung der Standardkurve beschickt man eine Anzahl von 25 ml-Meßkölbchen mit je 0,10 ml einer 1%igen alkoholischen Lösung von 1-Fluor-2,4-dinitrobenzol (Eastman), 0,2 ml 0,2 m $NaHCO_3$-Lösung und 0,2 ml absolutem Alkohol. Dann gibt man alkoholische Lösungen von synthetisch hergestelltem MPA (Synthese im Original), die zwischen 10 und 100 μg des Alkaloides enthalten, in die einzelnen Kölbchen, füllt jeweils mit Wasser auf ein Endvolumen von 1,5 ml auf und erwärmt die Ansätze 20 min lang in einem Wasserbad von 60° C. Nach Zugabe von je 0,5 ml 0,2 n Natronlauge und nochmaligem 60 min langem Erwärmen auf 60° C zur Hydrolyse des überschüssigen Reagenses füllt man den Inhalt jedes Kölbchens mit Wasser bis zur Marke auf, schüttelt die in einen Scheidetrichter überführten Lösungen intensiv mit je 10 ml Cyclohexan aus, trennt die organische Phase ab und ermittelt in einem Beckman DU-Spektrophotometer deren UV-Absorption bei 350 nm gegen einen Leeransatz der Reagentien (Eichkurve im Original). — Zur *Bestimmung des MPA-Gehaltes von Acacia-Blättern* pulvert man diese nach dem Trocknen an der Luft auf 20 mesh, extrahiert 5 g des Pulvers in einer weithalsigen 1l-Polyäthylenflasche unter mechanischem Rühren während 2 Std mit 250 ml 1%iger Salzsäure, zentrifugiert und dekantiert den klaren Auszug in einen 500 ml-Meßkolben. Man wiederholt die Extraktion des Blattpulvers noch 2mal mit je 100 ml 1%iger Salzsäure und füllt die vereinigten Auszüge mit Wasser auf 500 ml auf. 100 ml dieses Extraktes alkalisiert man mit Natronlauge auf p_H 10 und schüttelt die Lösung 3mal mit je 100 ml Chloroform aus. Die vereinigten $CHCl_3$-Auszüge versetzt man mit 0,5 ml HCl-gesätt. Äthanol und verdampft das Lösungsmittel im Vakuum zur Trockne. Nach Auflösen des Rückstandes in etwas Äthanol neutralisiert man die Lösung mit Natronlauge, füllt mit Äthanol auf 25 ml auf und führt mit 0,2 ml der Verdünnung die beschriebene Reaktion durch.

[1] J. Amer. pharmac. Assoc., sci. Edit. **49**, 158—160 (1960). Dep. Biochemistry Nutrition, Agricult. Exp. Station, Texas (USA). K. Söllner

Die Alkaloide Raddeanin (I), Raddeamin (II) und Alvanin (III), (aus *Fritillaria Raddeana*) lassen sich nach E. Ch. Timbekov, R. Š. Jamatova und A. S. Sadykov[1] polarographisch bestimmen. Als Leitsalz dienen 1 n Lösungen von Ammonium-

chlorid, Kaliumchlorid oder Lithiumchlorid. Die Stromstärke der auftretenden Diffusionsströme ist proportional dem Gehalt an dem betr. Alkaloid. Die Halbstufenpotentiale (gegen gesätt. Kalomelelektrode) betragen: I: 1,47—1,54 Volt, II: 1,65—1,68 Volt, III: 1,62 und 1,98 Volt.

[1] Ž. prikl. Chim. **33**, 751—752 (1960) [Russisch]. H. Wunderlich

Eine vollautomatische Apparatur zur Bestimmung von Streptomycin und Penicillin in Fermentansätzen geben A. Ferrari, F. M. Russo-Alesi und J. M. Kelly[1] an. Die Apparatur mit Probensammler, Verteilerpumpe, Dialysiervorrichtung, Thermostat, Colorimeter und Registriergerät und ihr Arbeitsschema sind abgebildet und werden genau beschrieben. Die Streptomycinbestimmung beruht auf dem alkalischen Abbau zu Maltol, das nach Dialyse mit Eisen(III)-chlorid in salzsaurer Lösung einen Farbkomplex bildet, der bei 550 nm photometrisch gegen einen Standard ausgewertet und registriert wird. Penicillin wird mit Penicillinase zu „penicilloic acid" abgebaut, die nach Dialyse jodometrisch bestimmt und wie oben photometrisch ausgewertet sowie registriert wird. Die statistische Auswertung mit dem computer (Burroughs E 101-1) ergibt Werte mit einer Fehlerbreite von $\pm 3\%$, das sind bessere Resultate als die der üblichen Routinemethoden.

[1] Analyt. Chemistry **31**, 1710—1717 (1959). Technicon Instruments Corp., Chauncey, N. Y. und Squibb. Inst. Med. Res., New Brunswick, N. J. (USA).
E. Müller, Würzburg

Oxytetracyclin. *Für die colorimetrische Bestimmung von Oxytetracyclin (I), auch in Anwesenheit von Tetracyclin (II)* schlagen K. Kakemi, T. Yokota und T. Nadai[1] folgendes *Verfahren* vor: Man versetzt 5 ml einer 2—15 μg/ml enthaltenden wäßrigen I-Lösung mit 1 ml p-Nitrobenzoldiazoniumhydrochlorid (NBD)-Reagens (siehe unten) unter Schütteln, erwärmt den Ansatz 25 min lang auf 70° C, bestimmt die Extinktion des hierbei entstandenen gelben Farbstoffes bei 440 nm und vergleicht mit den Absorptionswerten analog behandelter I-Lösungen bekannten Gehaltes. Enthält das Analysenmaterial gleichzeitig II, so ermittelt man noch die Lichtabsorption des Reaktionsproduktes bei 530 nm, bei welcher Wellenlänge der aus I gebildete Farbstoff keine Absorption besitzt und ermittelt den Wert für II aus einer auf analoge Weise durch die Verarbeitung von II-Lösungen erhaltenen Eichkurve. Die Differenz ergibt den Wert für I (Absorptionskurven und Eichkurven im Original). — *NBD-Reagens.* Man gibt zu der Mischung einer eisgekühlten Lösung von 200 mg p-Nitranilin in 5 ml Eisessig mit 3 ml konz. Salzsäure 2 ml 15%iger Natriumnitritlösung in Eisessig.

[1] J. pharmac. Soc. Japan. **80**, 176—180 (1960) [Japanisch]. (Nach engl. Zus. fass. ref.) Univ. Kyoto (Japan). K. Söllner

Die colorimetrische Bestimmung von Oxytetracyclin (I) in Anwesenheit von Ascorbinsäure (AS) führen K. Kakemi, T. Yokota und T. Nadai[1] nach folgendem *Verfahren* aus: Man bringt 5 ml einer 10—200 μg AS/ml enthaltenden I-Lösung auf die Spitze einer säureaktivierten Permutitsäule und wäscht die AS mit 5mal 10 ml dest. Wasser aus. Zur Elutierung des I spült man anschließend mit 20 ml 0,2 n Natronlauge in einen 50 ml-Meßkolben, der je 4 ml n Salzsäure und n Essigsäure enthält. Nach Auffüllen des Eluates mit Wasser bis zur Marke entnimmt man 5 ml der I-Elution, versetzt diese in einem Reagensglas mit 1 ml p-Nitrobenzoldiazoniumchloridreagens (siehe vorstehendes Referat), erwärmt die Mischung 25 min lang auf 70° C und kühlt mit fließendem Kaltwasser ab. Durch Bestimmung der Extinktion des Reaktionsansatzes bei 440 nm und Vergleich des Wertes mit einer unter Anwendung von I-Lösungen bekannter Konzentration aufgestellten Eichkurve (im Original) erhält

man den I-Gehalt der Analysenprobe. Verff. fanden, daß in AS-haltigen I-Lösungen bei längerer Aufbewahrung eine stärkere Zersetzung des I auftritt als in AS-freien Präparaten.

[1] J. pharmac. Soc. Japan **80**, 180—183 (1960) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.) Univ. Kyoto (Japan). K. Söllner

Zur colorimetrischen Bestimmung von Fradiomycin(I) wenden K. Kakemi und S. Ohashi[1] folgendes *Verfahren* an: Man versetzt in einem mit Schliffstopfen versehenen Reagensglas 5 ml I-Lösung mit 5 ml einer 2%igen Lösung von Laurinsäure in Isoamylalkohol und mit 0,5 ml wäßriger 5%iger Natriumcarbonatlösung, schüttelt kräftig durch und zentrifugiert. 4 ml der organischen Phase gibt man in ein zweites Stopfenglas, fügt 5 ml dest. Wasser und 0,2 ml 50%ige Essigsäure zu und schüttelt 5 min lang. Nun überführt man 4 ml der wäßrigen Schicht in ein neues Glas, versetzt mit 1 ml 20%iger Natriumcarbonatlösung, schüttelt um, kühlt mit Kaltwasser und gibt dann 0,5 ml 1%iger Natrium-1,2-naphthochinon-4-sulfonatlösung zu. Nach 20 min langem Stehen in einem Kühlbad von 0—2° C fügt man 2 ml einer Mischung gleicher Teile Aceton und Äthanol und 0,5 ml 50%iger Essigsäure zu. Dann ermittelt man die Extinktion des Ansatzes bei 460 nm unter Abzug des Blindwertes aus dem Gemisch der Reagentien und vergleicht mit einer Eichkurve, die unter Verwendung von Standard-I-Lösungen aufgestellt wurde (Eichkurve und Wertetabellen im Original).

[1] J. pharmac. Soc. Japan. **80**, 183—186 (1960) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.) Univ. Kyoto (Japan). K. Söllner

---

4. Analyse von biologischem Material

Über Ultramikromethoden im klinischen Laboratorium berichtet M. F. Schloss[1]. Die Ultramikromethoden setzen sich immer mehr durch und sind bei Säuglingen und Kleinkindern praktisch unentbehrlich, will man mehrere Untersuchungen durchführen. Da man dafür nur 0,005—0,05 ml Blut benötigt, während für Mikromethoden 0,05—0,1 ml und für Makromethoden 0,5—2,0 ml Blut erforderlich sind, ergibt sich die Bedeutung der Ultramikromethoden von selbst. Nach Aufzählen und kurzer Beschreibung, zum Teil mit Abbildungen, der Apparaturen und Geräte, sowie der Technik der Blutentnahme, bespricht Verf. mehr oder weniger ausführlich folgende Methoden: *Capillarhämatokrit*; *Chloridbestimmung* mit Quecksilbernitrat-Diphenylcarbazid; *Proteinbestimmung* mit dem Biuretreagens nach Weichselbaum; *flammenphotometrische Bestimmung von Natrium und Kalium*; *Zuckerbestimmung* mit Kupfer-Phosphormolybdänsäure (photometrisch); *Harnstoffbestimmung* mit Diacetylmonoxim; *Calciumbestimmung* mit Alizarin; *Bilirubinbestimmung* (Diazo); *Diastase* (qualitativ); *Bestimmung von anorganischem Phosphat* (Molybdänsäuremethode); *Fibrinogenbestimmung* (Trübungsmessung mit Parfentjew-Reagens); *Bestimmung von Gesamteiweiß, Albumin* (Globulin durch Differenz), *Albumin/Globulin-Quotient und Liquoreiweiß* mit der Biuretmethode; *Bestimmung von Ammoniak* mit Nesslers Reagens; *Eisenbestimmung* mit Thioglykolsäure und *Magnesiumbestimmung* mit Titangelb.

[1] Ärztl. Lab. **6**, 33—52 (1960). St. Luke's Hosp., Racine, Wisc. (USA).
E. Müller, Würzburg

Eine Methode zur Schnellauswertung der Elektrophoresediagramme menschlicher Seren gibt K. H. Höfle[1] an. Sie ist speziell für die vom Zeiss-Extinktionsschreiber registrierten Kurven ausgearbeitet, läßt sich aber auch auf Kurven anwenden, die nach Einzelpunktmessungen gezeichnet wurden. Als Maßzahl benutzt

Verf. „Relativprozente der Albumingipfelhöhe", in der sowohl die Gipfelhöhen der anderen Eiweißfraktionen als auch die Taltiefe (Überschneidungspunkte der einzelnen Glockenkurven an der Basis) ausgedrückt werden. Die Ermittlung der Maßzahl erfolgt schnell durch eine durchsichtige Schablone, die man sich selbst anfertigt (ähnlich der zur Bestimmung von R_f-Werten benutzten). Die Diagramme lassen sich dann „Konstellationstypen" zuordnen, deren Werte in einer Tabelle für normal; akute Entzündung; subakut-chronische Entzündung; Hepatitis und Leberparenchymschäden; Leberzirrhose; Nephrose und γ-Plasmocytom zusammengestellt sind.

[1] Ärztl. Lab. **6**, 97—102 (1960). Med. Klinik, Darmstadt. E. Müller, Würzburg

Über spektrographische Untersuchungen zur Bestimmung der Spurenelemente in Blut, Blutserum und Erythrocyten gesunder und verbrennungsgeschädigter Individuen berichtet U. Silvestri[1]. Das Untersuchungsmaterial wird bei 250° C verascht und qualitativ und quantitativ spektrographisch im Sichtbaren und Ultravioletten unter Variation von Stromstärke und Belichtungszeit aufgenommen. (Methodische Einzelheiten werden nicht mitgeteilt.) Folgende Elemente wurden in der Reihenfolge ihres Vorkommens bestimmt und hinsichtlich der Schwankungsbreite ihres Auftretens in verschiedenen Proben untersucht: Na, K, Ca, Mg, Fe, Cu, P, B, Si, Al, Ti, Mn, Cr, Zn, Pb, Ni, Co, Ag, Li, Ba, Sr, Sn, Bi, V, Ge, W, Cd. Zwischen den von Gesunden und von den Patienten mit Verbrennungen verschiedenen Grades stammenden Untersuchungsmaterialien finden sich keine charakteristischen Unterschiede.

[1] Boll. Soc. ital. sperim. **35**, 1113—1115 (1959). Univ. Bologna (Italien).
J. van Calker

Über die Trennung von Phosphatidgemischen berichten J. Perrin und L. Saunders[1]. Gibt man eine 2,5%ige Lösung von 7 g *Eiphosphatiden*, die durch Acetonfällung gewonnen wurden, auf eine Säule aus 50 g Dowex 1X4, Hydrogencarbonatform (50—100 mesh), so läuft die Lösung schnell durch, und man erhält 5,8 g kephalinfreie Phosphatide im Eluat, wobei man mit nur wenig Flüssigkeit nachzuwaschen braucht. *Phosphatide aus Hefe, Sojabohnen, Erdnuß* oder *Baumwollsamen* verhalten sich ebenso.

[1] J. Pharmacy Pharmacol. **12**, 253 (1960). School Pharmacy, Univ. London (England). E. Müller, Würzburg

Über die Bestimmung von Carnitin in biologischen Substraten berichten G. Deltour, J. Broekhuysen und L. Dierickx[1]. Sie extrahieren das homogenisierte Lyophilisat mit Petroläther zur Entfernung von Fettstoffen und stellen einen eiweißfreien Extrakt her, wofür sie ein Schema angeben. Im Extrakt läßt sich Carnitin papierelektrophoretisch von allen Begleitstoffen trennen. Das Carnitin eluieren Verff. nach Lokalisierung mit Jod und bestimmen es nach S. Friedman[2], wobei nach Verestern von Carnitin ein Farbkomplex des Äthylesters mit Bromphenolblau photometriert wird. Der Fehler beträgt 10%.

[1] Clin. chim. Acta (Amsterdam) **5**, 181—185 (1960). Soc. Lab. Labaz, Brüssel (Belgien). — [2] Arch. Biochem. Biophysics **75**, 24 (1958); vgl. diese Z. **169**, 395 (1959).
E. Müller, Würzburg

Über die Bestimmung von Neuraminsäure in rohen Gehirnlipoiden berichten C. Long und D. A. Staples[1]. Unter den geprüften Nachweisverfahren für Neuraminsäure ist die Orcinreaktion nach Bial am geeignetsten. Für die Bestimmung in Rohextrakten ist aber eine Trennung erforderlich, da Cerebroside stören. Bei Verteilung zwischen wäßriger Methanolphase und chloroformhaltiger Phase geht das neuraminsäurehaltige Gangliosid Strandin vollständig in die Methanolphase.

Diese Trennung führen Verff. nach J. Folch, M. Lees und G. H. Sloane-Stanley[2] durch. Anschließend folgt die photometrische Auswertung mit der Orcinreaktion nach P. Böhm, St. Dauben und L. Baumeister[3]. Viele Organe wurden untersucht (Tabelle). Nur im Gehirn ließ sich Neuraminsäure nachweisen.

[1] Biochemic. J. **73**, 385–389 (1959). Royal College of Surgeous, Lincoln's Inn Fields, London (England). — [2] J. biol. Chemistry **226**, 497 (1957); vgl. diese Z. **168**, 315 (1959). — [3] Klin. Wschr. **32**, 289 (1954). E. Müller, Würzburg

Über die Bestimmung von Polysaccharidhexosen und -hexosaminen im normalen menschlichen Serum berichten I. Martirani, G. Höxter, B. L. Wajchenberg, I. Mariani und A. B. U. Cintra[1]. Sie erhalten mit der Anthronmethode die besten Resultate, wenn sie folgende Reagenslösung benutzen: 0,2% Anthron — 5% Borsäure, die die Empfindlichkeit steigert. Verff. belassen den Ansatz 30 min bei 80° C, lassen die Temperatur ohne Kühlung auf Raumtemperatur absinken und messen die Extinktion bei 620 nm. Die von ihnen gefundenen Werte stimmten mit denen anderer Autoren überein.

[1] J. Lab. clin. Med. **54**, 773—778 (1959). Univ. São Paulo (Brasilien).
E. Müller, Würzburg

Über die chromatographische Trennung von Chondrosin und Hyalobiuronsäure an sauren Austauschern berichtet A. Hallén[1]. Bei $2^1/_2$stündiger Hydrolyse mit 0,6 n Salzsäure bei 100° C erhält man aus Aminopolysacchariden die beiden Aminodisaccharide Chondrosin = 3-O-(β-D-Glucopyranosyluronsäure)-2-amino-2-desoxy-D-galaktopyranose und Hyalobiuronsäuren (Mucosin) = 3-O-(β-D-glucopyranosyluronsäure)-2-amino-2-desoxy-D-glucopyranose, natürlich soweit sie am Aufbau des Ausgangsmaterials beteiligt sind. Die beiden Disaccharide lassen sich gut an einer 0,6 · 40 cm Säule aus Zeo-Karb 225 X 8, Na^+-Form, (200—400 mesh) bei einer Durchflußrate von 1 ml/Std mit 0,10—0,15 m $NaHSO_4/Na_2SO_4$-Pufferlösung von p_H 1,9 trennen. Für die Gipfelermittlung eignet sich am besten die Ninhydrinreaktion. Auch *Glucosamin* und *Galaktosamin* lassen sich an der Säule gut voneinander sowie von den beiden obigen Disacchariden trennen und geben charakteristische Gipfel. Außer *Chondroitinschwefelsäure*, *Hyaluronsäure*, *Keratosulfat*, *β-Heparin* und gewöhnlichem *Heparin*, die Verff. untersucht haben, kann man auch Gewebe direkt hydrolysieren und chromatographieren: *Nucleus pulposus*, *Anulus fibrosus*, *Rippenknorpel* und *Nabelschnur*. Die Ergebnisse sind mit Tabellen und Schaubildern belegt.

[1] Acta chem. scand. (Kopenhagen) **13**, 1919—1926 (1959). Karolinska Inst., Stockholm (Schweden). E. Müller, Würzburg

Eine Methode zur Bestimmung des freien, nicht proteingebundenen Thyroxins im Serum beschreibt L. K. Christensen[1]. Nach Zugabe einer bekannten Menge markierten Thyroxins zum Serum wird die nicht vom Protein verbrauchte Menge — und damit indirekt die Zahl der nicht vom Serum-Thyroxin besetzten Stellen — bestimmt. Daraus kann man ungefähr auf die Konzentration des freien Thyroxins im Serum schließen, vorausgesetzt, daß man die proteingebundene Jodmenge im Serum kennt. — *Arbeitsweise.* Man verdünnt 25 µl der käuflichen L-Thyroxin-^{131}J-Lösung so weit mit Phosphat-Puffer (90 ml 0,5 m Kaliumdihydrogenphosphat + 410 ml 0,5 m Dinatriumhydrogenphosphat), daß 1 ml der resultierenden Lösung 0,1 µg markiertes Thyroxin enthält. Man setzt 2 Proben an: In A pipettiert man 1 ml der radioaktiven Lösung, 0,1 ml 5%ige Natriumthiosulfatlösung und 10 ml Serum, in B 1 ml Phosphatpuffer, 0,1 ml Thiosulfatlösung und 10 ml Serum. Beide Proben erwärmt man 90 min auf 37° C und überführt je 10 ml in zwei durch eine Cellophanmembran getrennte Plexiglaskammern. In Probe A wird ein Rührwerk

installiert. Die Apparatur wird 24 Std in einem Wasserbad von 37,5° C belassen. Man entnimmt in dieser Zeit 2mal 4 ml oder 3mal 3 ml aus B, wäscht das durch die Membran gegangene anorganische Jod (Verunreinigungen) sorgsam aus[2] und bestimmt den Gehalt an Thyroxin-^{131}J mit einem Geigerzähler. Aus A werden in derselben Zeit die gleichen Volumina entnommen und in einem aliquoten Teil (100 μl), der mit inaktivem Serum entsprechend B aufgefüllt wird, ebenfalls die Radioaktivität bestimmt. Man errechnet das prozentuale Verhältnis des durch die Membran diffundierten zum Gesamt-Thyroxin-^{131}J.

[1] Scand. J. clin. Lab. Invest. **11**, 326—331 (1959). Gentofte Hosp., Kopenhagen (Dänemark). — [2] Christensen, L. K.: Scand. J. clin. Lab. Invest. **10**, 211 (1958); vgl. diese Z. **169**, 313 (1959). Ursula Baumann

Cholesterin. *Eine Methode zur Bestimmung von Gesamtcholesterin im Serum* teilt H. Gibitz[1] mit. Es handelt sich um eine Modifikation der Methode von F. Monforte[2] und von A. Zlatkis, B. Zak und A. Boyle[3], die die Reaktion nach J. Liefschütz[4] zur Grundlage haben. Da keine Extraktion erforderlich ist, eignet sich das Verfahren für Routineuntersuchungen im klinischen Labor. — *Ausführung.* 0,1 ml Serum versetzt man mit 3,0 ml Eisessig, schüttelt kurz, läßt 2,0 ml Eisenchloridreagens (siehe unten) in freiem Fall zutropfen und mischt sofort durch 25maliges seitliches Anschlagen. Nach 10 min mißt man die Extinktion bei 560 nm gegen einen Leerwert aus 0,1 ml Serum, 3,0 ml Eisessig und 2,0 ml konz. Schwefelsäure, wobei man entsprechend verfährt, vor allem mit der konz. Schwefelsäure an Stelle des Eisenchloridreagenses. Genau so behandelt man einen Cholesterinstandardansatz: 0,1 ml Cholesterinstandardlösung (100 mg Cholesterin in 50 ml Eisessig gelöst, gut verschlossen mehrere Monate haltbar) + 3,0 ml Eisessig + 2,0 ml Eisenchloridreagens gegen 0,1 ml Cholesterinstandardlösung + 3,0 ml Eisessig + 2,0 ml konz. Schwefelsäure. Dann ist (Extinktion Serum/Extinktion Standard) · 2 = mg Cholesterin/100 ml Serum. Die gefundenen Werte stimmen mit denen nach R. Schönheimer und W. M. Sperry[5] gut überein. — *Eisenchloridstammlösung.* Man löst 2,5 g $FeCl_3$ in 25 ml Eisessig; im Kühlschrank monatelang haltbar. — *Eisenchloridreagens.* Man mischt 1 ml Stammlösung mit 100 ml konz. Schwefelsäure; im Kühlschrank haltbar, bis Trübung auftritt.

[1] Ärztl. Lab. **5**, 315—320 (1959). Landeskrankenanstalten Salzburg. — [2] Atti. accad. Peloritana Messina **41**, 80 (1939). — [3] J. Lab. clin. Med. **41**, 486 (1953); vgl. diese Z. **148**, 70 (1955/56). — [4] Hoppe Seyler's Z. physiol. Chem. **50**, 436 (1906). — [5] J. biol. Chemistry **106**, 745 (1934); vgl. diese Z. **130**, 91 (1949/50).

E. Müller, Würzburg

Eine einfache Methode zur Bestimmung von Cholesterin in Blut gibt E. Dannenberg[1] an. Enteiweißen ist nicht erforderlich. — *Ausführung. Eichansatz.* Man mischt in der angegebenen Reihenfolge 0,3 ml Cholesterinstammlösung (300 mg Cholesterin in 100 ml Eisessig), 0,3 ml Wasser, 1,7 ml Eisessig, 5,0 ml Essigsäureanhydrid, sowie 0,7 ml konz. Schwefelsäure und photometriert nach 10 min mit Rotfilter 62. Außerdem setzt man einen zweiten verdünnteren Standard genau so an, indem man kurz vor Gebrauch aus obiger Cholesterinlösung (300 mg/100 ml) eine solche von 200 mg/100 ml herstellt und diese an Stelle der ersten benutzt. — *Probe.* Man mischt 0,3 ml Serum, 2,0 ml Eisessig, 5,0 ml Essigsäureanhydrid und 0,7 ml konz. Schwefelsäure und verfährt wie oben. Für Normalseren benutzt man den 200 mg-Standard und für höhere Werte den zu 300 mg/100 ml Eisessig. Eiweiß soll nicht stören, der Fehler beträgt $\pm$ 6%.

[1] Ärztl. Lab. **5**, 320—322 (1959). Hosp. Mixto, Santiago del Estero.

E. Müller, Würzburg

Eine Methode zur Bestimmung von Cholesterin im Serum teilen R. L. Searcy und L. M. Bergquist[1] mit. Es handelt sich um eine Modifikation der Methode von F. Zlatkis, B. Zak und J. Boyle[2], wobei Verff. Eisen(III)-chlorid durch Eisen(II)-sulfat ersetzt haben. Das hat nach eingehenden Untersuchungen den Vorteil, daß die Reaktion direkt im Aceton-Alkoholfiltrat angestellt werden kann und der Farbkomplex wesentlich stabiler ist. Die gefundenen Werte sind reproduzierbar und stimmen mit denen anderer Methoden gut überein. — *Ausführung. Gesamtcholesterin.* In einem Stopfenzentrifugenglas mischt man 0,1 ml Serum und 0,9 ml Aceton-abs. Äthanol (1:1) gut und zentrifugiert einige Minuten. 0,4 ml klaren Überstand versetzt man in der Meßküvette mit 6,0 ml Eisen-Essigsäurereagens (siehe unten), und zur unmittelbaren guten Mischung bläst man kräftig 2,0 ml konz. Schwefelsäure ein. Nach 10 min mißt man die Extinktion bei 490 nm gegen einen Blindansatz mit 0,4 ml Aceton-Äthanol an Stelle von Serumfiltrat. — *Freies Cholesterin.* In einem konischen Zentrifugenglas mischt man 1,0 ml obigen Zentrifugatüberstandes (man benötigt hier mehr als 0,1 ml Serum) mit 1,0 ml Digitoninlösung (siehe unten), zentrifugiert nach 1 Std, verwirft den Überstand, suspendiert in Aceton-Äther (1:1), zentrifugiert abermals und verwirft vorsichtig den Überstand. Den Niederschlag löst man in 6,0 ml Eisen-Essigsäurereagens (siehe unten), bei größerer Menge unter Umständen durch kurzes Erwärmen auf 37° C, kühlt auf Raumtemperatur und verfährt dann weiter unter Zugabe von 2,0 ml konz. Schwefelsäure wie oben. Die Werte entnimmt man Standardansätzen mit einer öfter zu erneuernden Lösung von 120 mg Cholesterin in 200 ml Aceton-Äthanol, wie aus der Tabelle ersichtlich ist. Für Gesamtcholesterin benutzt man Photometerküvetten

Tabelle

Cholesterin-stammlösung ml	Aceton-Äthanol ml	Äquivalent Gesamtcholesterin mg-%	Äquivalent freies Cholesterin mg-%
0,0	0,4	0	0
0,1	0,3	150	60
0,2	0,2	300	120
0,3	0,1	450	180
0,4	0,0	600	240

und für freies Cholesterin konische Zentrifugengläser. — *Eisen-Essigsäurereagens.* Einige Gramm $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ schüttelt man kurze Zeit mit 1 l Eisessig bis zur Sättigung. Die filtrierte Lösung hält sich einige Monate bei Raumtemperatur. — *Digitoninlösung.* 1,0 g Digitonin löst man bei 60° C in 100 ml abs. Äthanol, gibt 2,0 ml 10%ige Essigsäure zu und verdünnt mit Wasser auf 200 ml.

[1] Clin. chim. Acta (Amsterdam) **5**, 192—199 (1960). Osteopath. Hospital, Los Angeles, Calif. (USA). — [2] J. Lab. clin. Med. **41**, 486 (1953); vgl. diese Z. **148**, 70 (1955/56). E. Müller, Würzburg

Die Bestimmung des Cholesterins im α- und β-Serumprotein führt N. Crawford[1] durch, indem er die Lipoproteine zunächst elektrophoretisch abtrennt, eluiert und das Cholesterin in den Eluaten mit Eisenchlorid colorimetrisch nachweist. — *Arbeitsweise.* Zur Anwendung gelangt die Elektrophorese-Methode von J. Hardwicke[2]. Man tränkt 3 Streifen Whatman 3 mm-Papier (34 × 5 cm) in Pufferlösung (19,5 g Natriumacetat, 30 g Veronalnatrium und 205 ml 0,1 n Salzsäure mit Wasser auf 1 l aufgefüllt und zum Versuch 1:3 verdünnt, p_H 8,6), trägt 5 mal 0,01 ml Serum auf (Abstand 0,5 cm) und elektrophoresiert 16 Std bei 2,0 Milliamp.

Man trocknet die Streifen an der Luft und färbt einen mit Sudanschwarz B (0,1 g Farbstoff in 100 ml Methanol-Isopropanol-Wasser [30:30:40] gelöst) 2—3 Std an. Man wäscht 4 mal (10 min in jedem Bad) mit 30%igem wäßrigen Isopropanol nach und trocknet wieder an der Luft. Die angefärbten α- und β-Lipoproteide werden markiert, die Albuminfraktion wird im UV-Licht (blaue Fluorescenz) sichtbar gemacht und ebenfalls markiert. Man schneidet die entsprechenden Zonen aus den nicht angefärbten Streifen aus, zerschnitzelt sie und eluiert sie 4 Std mit Chloroform-Methanol (2:1). Nach Entfernen der Filtrierpapier-Stückchen dampft man die Extrakte auf dem Wasserbad (65° C $\pm$ 2° C) zur Trockne ein, wobei ein Strom von filtrierter Luft die Flüssigkeitsoberfläche überstreichen soll. — *Cholesterinbestimmung.* Zu den trockenen Rückständen pipettiert man 3,0 ml Eisenschloridlösung (siehe unten), stellt die Proben genau 5 min in ein kochendes Wasserbad und setzt nach dem Abkühlen vorsichtig von der Seite 2,0 ml konz. Schwefelsäure zu. Man mischt langsam, um Blasenbildung zu verhindern und läßt 30 min bei Zimmertemperatur stehen. Dann mißt man die Extinktion in 10 mm-Küvetten bei 560 nm gegen eine Reagentienblindprobe. Die Werte (Mikrogramm Cholesterin) errechnen sich aus einer Eichkurve, aufgenommen mit einer Standardlösung (75 μg Cholesterin + 3 mg $FeCl_3$/3 ml). — *Eisenchloridlösung.* 2,5 g $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ werden in Eisessig gelöst und mit Eisessig auf 50 ml aufgefüllt. Zum Versuch verdünnt man 1,0 ml dieser Vorratslösung auf 50 ml mit Eisessig.

[1] Clin. chim. Acta (Amsterdam) **4**, 494—502 (1959). Queen Elizabeth Hosp., Birmingham (England). — [2] Biochemic. J. **57**, 166 (1954). Ursula Baumann

Die Bestimmung von Cholesterin, Cholesterinestern und Cholesterin-Eiweißfraktionen im Papierchromatogramm und Elektropherogramm führt F. Bode[1] durch, indem er die Fraktionen mit Antimonpentachlorid anfärbt und direkt mit einem Extinktionsschreiber auswertet. Eine Elution der Substanzen erübrigt sich dadurch. Die Bestimmung ist für Cholesterinkonzentrationen zwischen 0,01 und 0,2 mg geeignet und kann mit 0,05—0,1 ml Serum durchgeführt werden. — *Ausführung. 1. Chromatographisch.* Man pipettiert in ein Kölbchen, das 10 ml siedendes Äthanol-Aceton (1:1) enthält, 0,05 oder 0,1 ml Serum. Man schüttelt um und filtriert quantitativ in ein anderes Kölbchen. Zum Nachspülen verwendet man 2 ml Aceton. Man dampft zunächst in einer Pilzheizhaube, dann an der Wasserstrahlpumpe zur Trockene ein und nimmt den Rückstand in einigen Tropfen Chloroform auf. Den Chloroformextrakt trägt man portionsweise quantitativ auf Schl. & Sch.-Papier 2043b auf und läßt das Lösungsmittel zwischendurch jedesmal verdampfen. Man hängt den Streifen in einen gut verschließbaren Chromatographierzylinder (30 $\times$ 6 cm) ein und chromatographiert aufsteigend mit einer 3%igen Lösung von Paraffinöl (Merck, DAB 6) in Petroläther (KP bis 40° C). Daneben bearbeitet man einen Teststreifen, auf dem 0,1 mg Cholesterin aufgetragen sind. Nach 30—60 min trocknet man die Streifen und zieht sie durch eine 15%ige Antimonpentachloridlösung in Tetrachlorkohlenstoff (Abzug!). Nach 1 Std wird das Papier in Paraffin eingebettet und mit einem Extinktionsschreiber (Filter FE 54) ausgewertet. Das freie Cholesterin hat einen R_f-Wert von 0,7, die Ester sitzen an der Lösungsmittelfront. Ein zu hoher Phosphatidgehalt des Blutes stört die Bestimmung. — *2. Elektrophoretisch.* Man tränkt 4 $\times$ 21 cm-Streifen Schl. & Sch.-Papier 2043b mit Dole-Puffer p_H 8,6 (20,6 g Natriumdiäthylbarbiturat + 3,7 g Diäthylbarbitursäure/1000 ml), trägt in der Mitte 0,1 ml Serum auf und elektrophoresiert etwa 3 Std bei 200 V. Man trocknet die Streifen bei 100° C und färbt sie an, wie oben beschrieben.

[1] Ärztl. Lab. **5**, 221—225 (1959). Lab. f. Med. Diagnostik u. Ernährungsphysiol., Frankfurt/M. Ursula Baumann

Die Bedeutung und Bestimmung des Cholesterins und der 17-Ketosteroide im klinischen Laboratorium behandelt H. Weller[1]. Im 1. Teil[2] wird das Cholesterin besprochen, im 2. Teil, der nun die 17-Ketosteroide (17-KS) enthält, wird in erster Linie auf die diagnostische Bedeutung der quantitativen Bestimmung von Harn-17-KS näher eingegangen. Aus den didaktisch guten Darstellungen bekommt der Laie ohne Schwierigkeiten eine Übersicht über die Herkunft der Harn-17-KS aus Nebennierenrinde und Keimdrüsen. Er kann sich damit ein gutes Bild machen über die diagnostischen Möglichkeiten einer Bestimmung der Harn-17-KS aber auch über die prinzipiellen Grenzen, die solchen Möglichkeiten gesetzt sind. Dagegen sollte nicht übersehen werden, daß die gegebene Beschreibung einer Ausführung der Bestimmung von Harn-17-KS nicht als Grundlage derartiger Untersuchungen herangezogen werden kann. Infolge ihrer Fehler wird sie kaum von Nichteingeweihten exakt nachgemacht werden können. Es muß ferner betont werden, daß es heute auch nach Ausschaltung dieser Fehler wesentlich genauere Methoden zur 17-KS-Bestimmung gibt, die ebenso einfach auszuführen sind.

[1] Röntgen- u. Lab.-Prax. **11**, L 161—L170 (1958). I. Med. Klinik, Freie Univ. Berlin. — [2] Weller, H.: Röntgen- u. Lab.-Prax. **11**, L 145—L 154 (1958); vgl. diese Z. **170**, 459 (1959). H. Pelzer

Über die Stabilisierung der Farbreaktionen der Steroide in zugeschmolzenen Glascapillaren berichten K. Nagasawa und T. Watanabe[1]. Die Farbreaktion mit konz. Schwefelsäure und ihre verschiedenen Modifikationen (Woker, Scherrer, Liebermann-Burchard, Salkowski und Lifschütz) unterliegen mehr oder weniger schnell der Veränderung mit der Zeit. Das kann man verhindern, wenn man die Reaktion in einer Glascapillare ausführt, die man sofort zuschmelzt. Manche Farben sind 1 -3 Monate haltbar. Mitunter bilden sich in einem Röhrchen mehrere stabile Farbzonen, die zur Identifizierung von Steroidklassen herangezogen werden können. In einer folgenden Arbeit berichten K. Nagasawa und T. Watanabe[2] über die *Fluorescenzreaktion der Steroide*. Bei der einfachen Schwefelsäurereaktion und der Methode von Scherrer zeigen einige Reaktionsprodukte nach Verblassen der Farben bei Anregung mit Licht von 360 nm eine intensive Fluorescenz, die auch mit der Zeit schwindet. Sie ist in zugeschmolzenen Capillaren bedeutend beständiger.

[1] Jap. Analyst **9**, 13—19 (1960) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.) Nat. Hyg. Lab. (Japan). — [2] Jap. Analyst **9**, 19—22 (1960) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.) Nat. Hyg. Lab. (Japan). E. Müller, Würzburg

Über die Tüpfelprobe von Farbreaktionsprodukten der Steroide in zugeschmolzenen Glascapillaren berichten K. Nagasawa und T. Watanabe[1]. Stellt man die Farbreaktion nach G. Woker und I. Antener[2] mit Furfurol und Schwefelsäure, die empfindlich, aber instabil ist, in einer zugeschmolzenen Glascapillare an, so kommt es auch hier zur Schwarzfärbung. Setzt man den Capillarinhalt aber auf Filterpapier auf, dann entsteht ein schwarzes Zentrum mit gefärbter Randzone, die sich qualitativ auswerten läßt.

[1] Jap. Analyst **9**, 79—80 (1960) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.) Nat. Hyg. Labs. (Japan). — [2] Helv. chim. Acta **21**, 1345 (1938); **22**, 47, 511, 1309 (1939).
E. Müller, Würzburg

Über die Papierchromatographie von Steroiden in Systemen mit Äthylenglykol als stationärer Phase berichten L. Stárka und M. Prusíková[1]. Wie in Tabellen zusammengestellte R_f-Werte von *13-Corticosteroiden* und *Oestrogenen* sowie *15-Ketosteroiden* zeigen, erhält man nach dem Verfahren der Verff. gute Trenneffekte. — *Ausführung.* Das Papier (Whatman Nr. 1) mit den aufgetragenen Substanzen tränkt man mit einer 30%igen Lösung von Äthylenglykol in Methanol,

trocknet zwischen Filtrierpapier, beläßt 20 min bei Raumtemperatur an der Luft und chromatographiert die Corticosteroide mit Toluol oder Tetrachlorkohlenstoff (mit Äthylenglykol gesättigt), die 17-Ketosteroide mit Petroläther (45—65° C) im absteigenden Verfahren. Das Sichtbarmachen geschieht in üblicher Weise.

[1] J. Chromatogr. (Amsterdam) **2**, 304—307 (1959). Res. Inst. Endocrinology, Prag (ČSR). E. Müller, Würzburg

Über die chromatographische Trennung einiger Steroide auf Glaspapier berichten J. G. Hamilton und J. W. Dieckert[1]. In Fortsetzung früherer Untersuchungen[2,3] ermitteln Verff. die R_f-Werte von *Pregnan-3β-ol-20-on*, *Allopregnan-3β-ol-20-on*, *5-Pregnen-3β-ol-20-on*, *Progesteron*, *17α-Hydroxyprogesteron*, *Oestron*, *Oestradiol-17β*, *Oestradiol-17α*, *Oestriol*, *11-Desoxycorticosteron*, *11-Dehydrocorticosteron*, *17-Hydroxy-11-desoxycorticosteron*, *Corticosteron*, *Cortison* und *Hydrocortison* in den Laufmittelsystemen Isooctan, Isooctan-Benzol (1:2), Benzol und Benzol-Äthanol (200:1) und (400:1). Als besonders geeignet erweist sich Glasfaserpapier, das mit Monokaliumphosphat oder Kaliumsilicat imprägniert ist. Nahe Verwandte wie Alkohol und entsprechendes Keton, sowie cis-trans Isomere lassen sich gut und schnell trennen.

[1] Arch. Biochem. Biophysics **82**, 212—219 (1959). Tulane Univ. School of Med., and Seed Protein Lab., New Orleans, La. (USA). — [2] Hamilton, J. G., u. J. W. Dieckert: Arch. Biochem. Biophysics **82**, 203 (1959); vgl. diese Z. **176**, 226 (1960). — [3] Dieckert, J. W., W. B. Carney, R. L. Ory u. N. J. Morris: Analyt. Chemistry **30**, 1442 (1958). E. Müller, Würzburg

Über analytische Versuche mit Steroiden aus der Gruppe der Pregnantriole berichten S. Weinmann, J. Weinmann, E. E. Baulieu, P. Desgrez und M. F. Jayle[1]. Mit reinen Pregnantriolen, die an C_{11} nicht oxydiert sind, und solchen, die an C_{11} oxydiert sind, stellen Verff. papierchromatographische Untersuchungen mit bekannten Verfahren an und stellen ihre Ergebnisse in 3 Tabellen und einem Schaubild zusammen. *3α,17α,20β-Trihydroxy-5β-pregnan* weist in konz. Schwefelsäure ein schwaches Maximum bei 510 und ein intensives bei 436 nm auf, unter gleichen Bedingungen liegen die Maxima von *3β,17α,20β-Trihydroxy-5-pregnen* bei 510 und 408 nm, wobei das erste fast so groß wie das zweite ist. Von dem letztgenannten Steroid geben Verff. das IR-Spektrum an. Sie besprechen die Möglichkeit der Anwendbarkeit dieser Untersuchungen bei der Bestimmung von Steroidstoffwechselprodukten in Harnextrakten.

[1] Bull. Soc. Chim. biol. **41**, 1427—1440 (1959). Lab. chim. biol. Fac. Med., Paris (Frankreich). E. Müller, Würzburg

Über die Beseitigung störender Chromogene bei der Zimmermann-Reaktion zur Bestimmung der 17-Ketosteroide berichten A. G. Ware, J. A. Demetriou, S. Notrica, R. Searcy, C. Walberg und F. Cox[1]. Es handelt sich um eine Kombination bekannter Verfahren mit den Ergebnissen eigener Untersuchungen. — *Ausführung.* Rohextrakte aus Harn stellt man für 17-Ketosteroide nach I. J. Drekter, A. Heisler, G. R. Scism, S. Stern, S. Pearson und T. H. McGavack[2] und für 17-Ketogensteroide nach C. Sobel, O. J. Golub, R. J. Henry, S. L. Jacobs und G. Basu[3] her. Einen Teil des Äthylenchloridextraktes, der 0,5—2,0 ml Harn entspricht, bringt man in der Photometerküvette bei 60° C unter Stickstoffstrom zur Trockne. Mit jeder Probe läßt man Standardansätze mit 25 und 50 μg Dehydroepiandrosteron und Blindansätze mitlaufen, die wie oben getrocknet werden. Die Trockenrückstände versetzt man mit je 0,2 ml frisch bereiteter 2%iger Lösung von m-Dinitrobenzol in Alkohol und 2,5 n alkoholischer Kalilauge (eine 12 n Kalilauge wird kurz vor Gebrauch mit Äthanol auf die geforderte Konzentration

verdünnt). Man schüttelt sofort kräftig und läßt etwa 30 min bei 25 ± 1° C im Dunkeln stehen. Man kann nun 2 Wege gehen: *1. Extraktion nach Demetriou.* Die Lösung versetzt man mit 6 ml 40%igem n-Propanol in Wasser und 3 ml Methylenchlorid in dieser Reihenfolge, schüttelt nach 1—2 min kräftig und zentrifugiert einige Minuten bei etwa 2000 U/min. Der Steroidkomplex geht in die untere Phase, während sich die braunen Chromogene in der oberen, wäßrigen finden. Man erhält nur selten Emulsionen, die sich durch ein zweites Schütteln und Zentrifugieren beseitigen lassen. Für klinische Zwecke genügt es in den meisten Fällen, die Extinktion mit einem Filterinstrument zu messen (bei Klett-Summerson Filter Nr. 54). — *2. Verfahren nach W. M. Allen*[4]. Man verdünnt die Lösung mit 5 ml 70%igem Äthanol, mißt unmittelbar danach die Extinktion bei 440, 520 und 600 nm und benutzt zur Berechnung die Korrektionsformel nach[4].

[1] Clin. Chemistry **5**, 479—487 (1959). County General Hosp., Los Angeles, u. Univ. S. Calif. (USA). — [2] J. Clin. Endocrinol. **12**, 55 (1952). — [3] J. Clin. Endocrinol. a. Metabolism. **18**, 208 (1958). — [4] J. Clin. Endocrinol. **10**, 71 (1950).

E. Müller, Würzburg

Über die Papierchromatographie eines Secosteroids, des „Ketons 250", berichtet J.-C. Gounelle[1]. Zur Anwendung gelangt die Methode von E. Kodicek und D. R. Ashby[2] (aufsteigende Chromatographie auf mit Nujol imprägniertem Whatman-Papier Nr. 2 mit 95- oder 99%igem Methanol, Nachweis mit einem Furfurol-Reagens nach M. Pesez[3]). Die Ergebnisse sind nicht einwandfrei reproduzierbar.

[1] Bull. Soc. Chim. biol. **41**, 1123—1126 (1959). Fac. de Pharm., Paris (Frankreich). — [2] Biochemic. J. **57**, XII (1954). — [3] Bull. Soc. Chim. France **5**, 507 (1949); vgl. diese Z. **131**, 458 (1950).

Ursula Baumann

Über Trennung und Bestimmung von Steroidhormonen einschließlich *Äthinyloestradiol in Tabletten* berichten T. Kitazawa, M. Naito und F. Yoshida[1]. Äthysteron und Methyltestosteron kann man in Gegenwart von Äthinyloestradiol bei 241 nm bestimmen. Nach Chromatographie an Aluminiumoxyd lassen sich die beiden ersten Steroide mit Benzol, das 2% Äthanol enthält, eluieren, während Äthinyloestradiol mit Benzol, das 30% Äthanol enthält, eluiert und mit der Hydrochinonmethode bestimmt werden kann.

[1] J. pharmac. Soc. Japan **80**, 116—118 (1960) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.) Teikoku Hormone Mfg. Co. Ltd. (Japan).

E. Müller, Würzburg

Über die Bestimmung von freiem Oestron, 17β-Oestradiol und 17-Oestradiol in Foetalcotyledonen vom Rind berichten E. L. Veenhuizen, R. E. Erb und J. Gorski[1]. Die Extraktion und Trennung der 3 Steroide führen Verff. etwas modifiziert nach J. Gorski und R. E. Erb[2] durch. Die wesentlichen Schritte sind Homogenisieren mit Äthylacetat, Trocknen der organischen Phase mit Natriumsulfat, Verteilen des Vakuumtrockenrückstandes zwischen Toluol und 5%iger Natronlauge, Neutralisieren der Wasserphase, Ausschütteln dieser Phase mit Benzol, Papierchromatographie des Benzoltrockenrückstandes im absteigenden Verfahren mit Benzol-Skellysolve B (1 : 1) in Formamidatmosphäre, wobei ein bekanntes Gemisch der 3 Steroide mitläuft, Sichtbarmachen des Testansatzes mit $K_3Fe(CN)_6$ und $FeCl_3$, Eluieren der entsprechenden Probenareale mit Methanol und fluorimetrische Bestimmung nach R. W. Bates und H. Cohen[3]. Von zugesetzten Oestrogenen findet man 81,6—84,6% wieder. Die für verschiedene Zeiten der Trächtigkeit gefundenen Werte sind in einer Tabelle zusammengestellt.

[1] J. Dairy Sci. **43**, 270—277 (1960). Dep. Dairy Sci., Washington State Univ., Pullman (USA). — [2] Endocrinology **64**, 707 (1959). — [3] Endocrinology **47**, 182 (1950).

E. Müller, Würzburg

Über die Trennung und Bestimmung freier Purine, Pyrimidine und Nucleoside in Kabeljaumuskulatur berichtet N. R. Jones[1]. Der durch Homogenisieren mit 0,6 n Perchlorsäure gewonnene eiweißfreie Muskelextrakt wird mit Kalilauge auf p_H 6,5 eingestellt. An Dowex 1-X8, Formiatform, (200—400 mesh) lassen sich die Nucleotide adsorbieren. Das nucleotidfreie Eluat stellt man mit 2 n Ammoniak auf p_H 11—12 ein und adsorbiert die in Frage stehenden Substanzen (Purine und andere) an Dowex 1-X8, Chloridform, (200—400 mesh). Ihre Elution erfolgt im Gradientenverfahren mit ansteigender Chlorid- und Tetraboratkonzentration, während gleichzeitig der p_H-Wert fällt. Um die Lage der Gipfel zu ermitteln, läßt man am besten immer ein bekanntes Gemisch mitlaufen. Die Bestimmung erfolgt in bekannter Weise im UV-Licht. Die Versuchsbedingungen sind genau beschrieben und die Ergebnisse mit Schaubildern und einer Tabelle belegt.

[1] Analyst **85**, 111—115 (1960). Torry Res. Station, Aberdeen (Schottland).
E. Müller, Würzburg

Zur qualitativen Prüfung von Konkrementen auf Harnsäure empfiehlt D. Bakalov[1] den Ersatz der üblichen Murexidprobe durch die Reaktion mit Phosphorwolframsäure. — *Ausführung.* Man löst einige Milligramm Probe in 2 –3 ml 20%iger Na_2CO_3-Lösung oder 10%iger KOH-Lösung und fügt 2—3 Tr. Phosphorwolframsäurereagens nach Folin zu. Harnsäure wird durch Blaufärbung angezeigt. — Die Reaktion kann mit geringen Änderungen auch als Tüpfelprobe auf einem Objektträger ausgeführt werden. Im systematischen Analysengang nach I. Hallmann[2] führt man die Prüfung auf Harnsäure in dem Rückstand aus, der bei Behandlung des zu untersuchenden Materials mit heißer Salzsäure unlöslich geblieben ist. Man filtriert nach dem Abkühlen durch ein mit Wasser angefeuchtetes Filter oder dekantiert die über dem Niederschlag befindliche Lösung ab, und wäscht 1—2mal mit Wasser, um die Salzsäure zu entfernen. Die Reaktion wird dann auf dem Filter oder in der Proberöhre, wie oben angegeben, durchgeführt.

[1] Laborat. Delo **6**, Nr. 1, 32—34 (1960) [Russisch]. Centrales biochem. Labor, Sofia (Bulgarien). — [2] Hallmann, I.: Klin. Chemie und Mikroskopie, S. 238. Leipzig 1954.
O. Gautsch

Zur der wolframometrischen Bestimmungsmethode von Harnsäure im Harn, die bereits früher[1] beschrieben worden ist, bespricht L. A. Mai[2] ergänzend, welche organische Substanzen, bzw. eingenommenen Medikamente, als Störsubstanzen der Analysenmethode praktisch in Frage kommen. Auch der Einfluß des p_H-Wertes wird eingehend behandelt. Eine zu hohe Alkalität der Analysenlösung ist besonders dann schädlich, wenn die Lösung von der Titration längere Zeit an der Luft steht. Bei sofortiger Titration kann zwischen p_H 4—10 gearbeitet werden. Auf gleiche Art wie Harnsäure können L-Ascorbinsäure, Thiosemicarbazid, Isonicotinsäurehydrazid und einige andere bestimmt werden.

[1] Mai, L. A.: Laborat. Delo **3**, No 5, 41 (1957); vgl. diese Z. **163**, 75 (1958). — [2] Laborat. Delo **6**, Nr. 1, 30—32 (1960) [Russisch]. Blutübertragungsstation d. Lettischen SSR, Riga.
O. Gautsch

Eine enzymatische spektrophotometrische Methode zur Harnsäurebestimmung beschreiben L. Liddle, J. E. Seegmiller und L. Laster[1]. Sie beruht darauf, daß 1. Harnsäure bei 292 nm Licht adsorbiert und 2. durch Uricase zu Allantoin oxydiert wird, das bei dieser Wellenlänge nicht absorbiert. Durch Messung der Absorption vor und nach Uricase-Einwirkung kann der Harnsäuregehalt bestimmt werden. Die Methode folgt im wesentlichen der von Praetorius[2] sowie Feichtmeir und Wrenn[3] ausgearbeiteten. — *Arbeitsweise.* Man setzt in einer 10 mm-Quarzküvette 2,0 ml 0,1 m Glykokollpuffer p_H 9,4 (siehe unten) mit 1,0 ml der zu

untersuchenden Lösung an, mißt die Extinktion bei 292 nm und fügt dann 0,005 bis 0,01 ml des käuflichen Uricasepräparates hinzu. Man schüttelt um und mißt die Änderung der Extinktion nach 3, 25 und 30 min. Nach dieser Zeit muß die Oxydation beendet sein. Es ist notwendig, die Extinktionsänderung in einer Enzymblindprobe (3 ml 0,067 m Glykokollpuffer + 0,005—0,01 ml Enzymlösung) und in einer Testsubstanz-Blindprobe (2,0 ml 0,1 m Glykokollpuffer + 1,0 ml zu untersuchende Lösung) zu messen. Aus der Summe der 3 Extinktionsänderungen dividiert durch den Faktor 0,0745, multipliziert mit dem Gesamtvolumen der Testprobe, errechnet sich die Menge Harnsäure in Mikrogramm. *Zur Bestimmung im Serum* verwendet man 0,10 ml Serum und 3,0 ml 0,067 m Glykokollpuffer, zur *Bestimmung im Urin* 1,0 ml Urin 1:100 oder 3:100 verdünnt. — *Glykokollpuffer.* Man löst 25 g Glykokoll und 4,4 g NaOH in CO_2-freiem Wasser, füllt auf 500 ml auf und versetzt mit 3 ml Chloroform. Die Lösung wird im Kühlschrank aufbewahrt und zum Gebrauch auf eine Konzentration von 0,1 m (Urin) bzw. 0,067 m (Serum) verdünnt.

[1] J. Lab. clin. Med. **54**, 903—913 (1959). U.S. Publ. Health Service, Bethesda, Md. (USA). — [2] Praetorius, E.: Scand. J. clin. Lab. Invest. **1**, 222 (1949). — Praetorius, E., u. H. Poulsen: Scand. J. clin. Lab. Invest. **5**, 273 (1953); vgl. diese Z. **146**, 206 (1955). — [3] Feichtmeir, T. V., u. H. T. Wrenn: Amer. J. clin. Pathol. **25**, 833 (1955). Ursula Baumann

Eine Methode zur Bestimmung der Adeninpolyphosphate im Krötenmuskel führt G. P. Briner[1] durch, indem er die Substanzen zunächst papierchromatographisch trennt und das Adenin dann bei 260 nm bestimmt. Der Mittelwert bei 64 Bestimmungen (Muskeln 4 Std in Ringer-Lösung eingelegt) betrug 5,9 mM/kg Adenosintriphosphat und 2,5 mM/kg Adenosindiphosphat. — *Ausführung.* Der Muskel wird herauspräpariert, mit flüssiger Luft behandelt, mit 2 ml 5%iger Trichloressigsäure homogenisiert und das Homogenat bei 2° C zentrifugiert. Die überstehende Lösung wird unverdünnt auf Whatman-Papier Nr. 1 aufgetragen. Man chromatographiert nach der Methode von H. A. Krebs und R. Hems[2] 5 Std bei 20° C mit Isopropyläther-90%iger Ameisensäure (3:2). Daneben läßt man Standardlösungen von Adenosintri-, -di- und -monophosphat laufen. Man trocknet die Chromatogramme bei Zimmertemperatur und entwickelt sie mit Isobuttersäure-1 m Ammoniak-0,1 m ÄDTA-Lösung (100:60:1,6) über Nacht. Man trocknet 2 Std bei Zimmertemperatur und wertet nach der Methode von R. Markham und J. D. Smith[3] (Photographie im UV-Licht) aus. Die Flecken der Adenosinphosphate werden ausgeschnitten und mit 6 ml Wasser eluiert. Das Adenin wird bei 260 nm[4] bestimmt.

[1] J. Chromatogr. (Amsterdam) **2**, 418—422 (1959). Univ. Melbourne (Australien). — [2] Biochim. biophysica Acta (Amsterdam) **12**, 172 (1953). — [3] Nature (London) **163**, 250 (1949); Biochemic. J. **45**, 294 (1949); vgl. diese Z. **131**, 287 (1950); **135**, 281 (1952). — [4] Hotchkiss, R. D.: J. biol. Chemistry **175**, 315 (1948). Ursula Baumann

Eine titrimetrische Methode zur Bestimmung der Kreatinphosphokinase teilen A. K. Cho, W. L. Haslett und D. J. Jenden[1] mit. Ihr Prinzip beruht auf der Tatsache, daß H^+ bei p_H 9,0 nach der Gleichung ATP + Kreatin → ADP + Kreatin ~ P quantitativ in Freiheit gesetzt wird. Nach Ermittlung optimaler Bedingungen ergibt sich folgendes Verfahren, das schnell und leicht auszuführen ist und trotzdem exakte und reproduzierbare Werte liefert. — *Ausführung.* Man mischt 10 ml 0,06 m Kreatinlösung (Endkonzentration 0,03 m), 4 ml 0,02 m ATP-Lösung (Dinatriumsalz, Endkonzentration 4 mMol), 4 ml 0,01 m Mangan(II)-acetatlösung (Endkonzentration 2 mMol), 1 ml 0,02 m Mercaptoessigsäure (Endkonzentration 1 mMol) und 1 ml Kreatinphosphokinaselösung nach Methode A von S. A. Kuby,

L. Noda und H. A. Lardy[2] mit einer Fermentaktivität $< 1{,}5$ µMol min^{-1} Kreatin $\sim$ P. Bei Versuchen mit anderen Konzentrationen soll das Endvolumen immer 20 ml betragen. Vor der Fermentzugabe bringt man mit 1 n Natronlauge auf p_H 9,00, und nach Zusatz der Fermentlösung von p_H 9,0 titriert man aus einer Mikrobürette ($\pm$ 10 $^{-5}$ ml Genauigkeit) mit 0,1387 n carbonatfreier Natronlauge bei 30° C so, daß der p_H-Wert 9,00 konstant bleibt. Für 5→10 min notiert man jede Minute die Bürettenwerte. Der durch das p_H-Meter bedingte Fehler muß $< 0{,}1\%$ sein. Die Berechnung erfolgt nach folgenden Gleichungen[3]: $[2(y_5-y_1)+(y_4-y_2)]/10$ (5 min Titration); $[3(y_7-y_1)+2(y_6-y_2)+(y_5-y_3)]/28$ (7 min Titration); $[4(y_9-y_1)+3(y_8-y_2)+2(y_7-y_3)+(y_6-y_4)]/60$ (9 min Titration). Darin ist y_n die Bürettenablesung nach n Minuten.

[1] Biochemic. J. **75**, 115—119 (1960). Univ. Los Angeles, Calif. (USA). — [2] J. biol. Chemistry **209**, 191 (1954). — [3] Fisher, R. A., u. F. Yates: Statistical Tables for Biological Agricultural and Medical Research, S. 27, 80; New York, Hafner (1953).

E. Müller, Würzburg

Eine fluorimetrische Methode zur Bestimmung der Milchsäuredehydrogenaseaktivität im Serum teilt T. Laursen[1] mit. Das Verfahren beruht auf der Auswertung von DPN, das bei der von Milchsäuredehydrogenase katalysierten Reaktion Pyruvat + DPNH $\rightleftharpoons$ Lactat + DPN entsteht. — *Ausführung.* Nicht hämolytisches Serum verdünnt man mit 0,067 m Phosphatpufferlösung von p_H 7,4 im Verhältnis 1:10 und mischt in einem 10 ml-Zentrifugenglas mit rundem Boden 0,2 ml dieser Verdünnung mit 0,3 ml einer Nicotinamidlösung (1 g/100 ml obiger Pufferlösung) und 0,05 ml einer DPNH-Lösung (6 mg/ml 0,1 m Trishydroxymethylaminomethanpufferlösung von p_H 8,0). Das Glas setzt man für etwa 10 min in ein Wasserbad von 37° C. Nach Zugabe von 0,1 ml Natriumpyruvatlösung (20 mg/100 ml obiger Phosphatpufferlösung, täglich frisch anzusetzen), setzt man genau 10 min später 0,5 ml Trichloressigsäurelösung (10 g/100 ml) hinzu. 0,5 ml Zentrifugatüberstand pipettiert man in ein passendes Reagensglas und versetzt mit 0,5 ml Methyläthylketon (siehe unten), 0,2 ml 5 n Kalilauge und 0,8 ml 2 n Salzsäure, wobei nach jedem Zusatz kräftig geschüttelt wird. Nach 5 min beläßt man für 2 min zur Entfernung des Methyläthylketons in einem siedenden Wasserbad und fügt noch 0,5 ml Monokaliumphosphatlösung (20 g/100 ml) sowie 6 ml Wasser hinzu. Man regt mit Licht von 360 nm an und mißt die Fluorescenz bei 480 nm. Eine Chininsulfatlösung von 0,2 mg/100 ml 0,6 n Schwefelsäure benutzt man als Standardlösung, sie soll einen Galvanometerausschlag von 100 geben. Als Blindansatz dient die Mischung von verdünntem Serum, DPNH und Nicotinamid, die für etwa 10 min in ein Wasserbad von 37° C kommt und mit 0,5 ml Trichloressigsäurelösung sowie 0,1 ml Pyruvatlösung versetzt und wie die Probe behandelt wird. Die Spontanspaltung bestimmt man wie Probe + Blindansatz mit dem Unterschied, daß 0,2 ml verd. Serum durch 0,2 ml Pufferlösung ersetzt werden. Diese Bestimmung muß täglich ausgeführt werden. Zur Berechnung stellt man eine Standardkurve auf, indem man 0—0,12 µMol DPN statt Serum benutzt mit nachfolgender Blindwertbestimmung. Aus der Standardkurve entnimmt man µMol DPN in der Probe $= A$ und im Blindansatz $= B$. Entsprechend erhält man für die Spontanspaltung C und den dazugehörigen Blindansatz D. Es ist µMol entstandenes Lactat = µMol DPN/0,02 ml Serum/10 min $= (A-B)-(C-D)$. Die Fermentaktivität wird ausgedrückt als µMol Lactat/Std/ml Serum. — *Methyläthylketon.* 20 µl Mangan(II)-chloridlösung (1 g $MnCl_2 \cdot 4H_2O$/100 ml) und 10 ml Methyläthylketon mischt man täglich.

[1] Scand. J. clin. Lab. Invest. **11**, 134—137 (1959). Rigshospitalet, Kopenhagen (Dänemark).

E. Müller, Würzburg

Namen- und Sachverzeichnis des 178. Bandes

Namenverzeichnis

([Or] bedeutet Originalabhandlung, [L] Literaturbesprechung)

Abraham, N. A., siehe Vilkas, M.
Ackermann, J. A., und J. T. Myers, Bestimmung von Jod im Eiweiß nach Barker 236
Adams, P. A., siehe Clayton, M. M.
Adler, siehe Kapeller
Adveenko, V. P., siehe Štutman, M. N.
Alberts, G. S., siehe Nyman, C. J.
Albescu, I., siehe Spacu, P.
Aleksandrovič, K. V., siehe Berezin, I. A.
Alekseeva, V. M., und A. K. Rusanov, Bestimmung von Scandium in Erzen 393
Alfonsi, B., und M. Bussi, Bestimmung von Aluminium in Bronzen und Messing 64
Alimarin, I. P., E. P. Cincevič und A. N. Gorochova, Abtrennung geringer Galliummengen von großen Mengen Zink 294
Alimarin, I. P., und C. Jun-Sjan, N-Benzoylphenylhydroxylamin als Fällungsmittel für Scandium 294
Alimarin, I. P., und M. N. Petrikova, Elektrochemische Methoden in der Ultramikroanalyse 435
Alimarin, I. P., und Han-Si Shen, Bestimmung von Scandium neben Seltenen Erden und Thorium 207
Amako, T., siehe Nakayama, T.
Anderson, J. R. A., J. L. Garnett und L. C. Lock, Substituierte Nitronaphthalinderivate als Reagentien für den Zinnachweis 364
Andrew, T. R., und C. H. R. Guntry, Spektrographische Lösungstechnik zur Analyse von Nickel 366
Andrychuk, D., siehe Langstroth, G. O.
Anger, V., Reagens zum Nachweis von Nitrosoverbindungen 55. — Prüfung der Thermostabilität von leicht flüchtigen Explosivstoffen 150. — Siehe auch Feigl, F.
Angot, J., siehe Mevel, N.
Anson, F. C., siehe Swift, E. H.
Antonescu, E., siehe Spacu, P.
Antoszewski, R., siehe Knypl, J. S.
Aoyagi, M., siehe Sasaki, N.
Araki, H., siehe Nozaki, T.
Armstrong, F. E., siehe Whisman, M. L.
Arnett, E. M., M. Strem, N. Hepfinger, J. Lipowitz und D. McGuire, Bestimmung von Deuterium in Wasserproben 359
Arnold, L. K., siehe Choudhury, R. B. R.
Asaoka, H., Bestimmung von Arsen in Stahl und Eisen 141
Ashley, M. G., Bestimmung von organisch gebundenem Quecksilber in pflanzlichem Material 305
Ashworth, M. R. F., Einfluß organischer Lösungsmittel auf die turbidimetrische Bestimmung von tert.-Butanol 374
Asmus, E., U. Hinz, K. Ohls und W. Richly, Eine neue Methode zur Ermittlung der Zusammensetzung schwacher Komplexe 104 [Or]
Athavale, V. T., V. P. M. Menon und C. Venkateswarlu, Abtrennung des Niobs und Tantals von Titan 297
Athavale, V. T., T. P. Ramachandran, M. M. Tillu und G. M. Vaidya, Colorimetrische Bestimmung kleiner Mengen Indium in Uran und Thorium und deren Salzen 386
Aubry, J., siehe Marion, F.
Avril, P., siehe Pien, J.
Aylward, G. H., J. L. Garnett, J. W. Hayes und S. W. Law, Kupferbestimmung mit Anthranilsäure 292

Baba, H., siehe Nozaki, T.
Bădănoiu, M., M. Fiti und C. Măntescu, Bestimmung der spurenweisen Verunreinigungen in chemisch reinem Silicium 139
Badings, H. T., Isolierung und Identifizierung der bei der Autoxydation von Ammoniumlinolat entstehenden Carbonylverbindungen 131
Bakalov, D., Bestimmung von Konkrementen auf Harnsäure 462
Balašova, N. A., siehe Gel'man, N. E.

Ballczo, H. und K. Peters, Mikroanalytischer Nachweis mechano-chemischer Reaktionen 52
Ballou, N. E., siehe Scadden, E. M.
Bandelin, F. J. und J. V. Tuschhoff, Identifizierung von Farbstoffen in pharmazeutischen Präparaten 152
Bankovskij, Ju. A., A. F. Ievinš und Z. E. Liepinja, Relative Stabilität von Komplexen des 8-Mercaptochinolins 51
Bányai, E., siehe Erdey, L.
Baranov, V. I., V. K. Christianov und B. V. Karasev, Bestimmung von Deuterium im Wasser 63
Bardenštejn, S. B., R. V. Džagacpanjan und V. I. Zetkin, Analyse eines Gemisches von Trichlor- und Tetrachlorbenzol 378
Barkemeyer, H., und F. Seehofer, Bestimmung von Nicotin in Tabak und Tabakrauchkonzentraten 308
Barker, S. E., M. J. Humphrey und M. H. Soley, Bestimmung von Jod in Eiweiß 236
Barkley, R. A., und T. G. Thompson, Bestimmung von Jodid und Jodat in Meerwasser 137
Bartlett, A. F. F., siehe Hands, G. C.
Bartos, J., siehe Pesez, M.
Bartsch, R. C., siehe Darling, D. J.
Bartušek, M., siehe Okáč, A.
Basińska, H., und K. Przybyszewska, Bestimmung von Thorium mit Kaliumcyanoferrat 362. — Maßanalytische Bestimmung von Kaliumhexacyanoferrat(II) 365
Bass, E. A., siehe Steyermark, A.
Baudin, G., und G. Hénon, Beeinflussung bei der Lösungsspektrographie der Elemente Fe, Ni, Cr und Ti 365
Bauer, W. H., siehe Wiberley, S. E.
Baulieu, E. E., siehe Weinmann, S.
Bayer, E., Gaschromatographie 281 [L]
Beamish, F. E., siehe Karanagh, J. M., sowie Plummer, M. E., Tertipis, G. G., und Westland, A. D.
Beard, H. C., siehe National Academy of Sciences Nuclear Sciences Series 432 [L]
Bebeşel, P., und I. Sîrbu, Radiometrische Titrationen mit dem Radioisotop ^{110}Ag 435
Belcher, R., M. K. Bhatty und T. S. West, Submikrobestimmung von tertiärem Stickstoff in organischen Verbindungen 370
Belcher, R., W. Hoyle und T. S. West, Darstellung von 2,3-Butandiamin-N,N,N′,N′-tetraessigsäure 288
Belitz, H.-D., siehe Schormüller, J.
Beljakov, A. A., Bestimmung von Nikkel, Nickeltetracarbonyl und seinen Zersetzungsprodukten in der Luft 137
Belko, J. S., siehe Larkey, B. J.
Bell, J. D., siehe Cannon, M. R.
Bellen, Z., und B. Sękowska, Bestimmung von Formaldehyd in technischem Urotropin 307
Beníšek, L., und A. Galle, Bestimmung kleiner Mengen anionaktiver Saponate 306
Benmamam, J. B., siehe Portillo, R.
Bennewitz, R., Verbrennung flüssiger Substanzen nach Schöniger 53
Berenblum, I., und E. Chain, Bestimmung von Phosphaten 216, 319
Berezin, I. A., und K. V. Aleksandrovič, Bestimmung von Schwefel in Koksen und Kohlen 147
Berg, H.-W., siehe Brieskorn, C. H.
van den Berg, L., pH-Messungen bei Temperaturen unterhalb des Gefrierpunktes 435
Bergner, K. G., und H. R. Petri, Nachweis von Aminosäuren in Branntweinessig und in Essigbakterien 59. — Bestimmung von Aminosäuren in Essigen 225
Bergquist, L. M., siehe Searcy, R. L.
Berka, A., Nachweis von Perjodat neben Jodat 220
Bermejo-Martínez, F., und M. Paz-Castro, Bestimmung von Mangan mit ÄGTA und Eriochromschwarz T 298. — Komplexometrische Bestimmung von Eisen(III) mit ÄGTA und Sulfosalicylsäure 298
Bernard, P., siehe Deibner, L.
Bernhard, F., G. Blumentritt und J. Schintlmeister, Bestimmung des Anreicherungsgrades von Uran-235 363
Bertoglio Riolo, C., und C. Occhipinti, Bestimmung der Perchlorate 365
Bhatty, M. K., siehe Belcher, R.
Bicán-Fister, T., siehe Corubolo, I.
Bilińska, U., und J. Terpiłowski, Bestimmung von Phosphor in Kupferlegierungen 385
Billingham jr., E. J., siehe Jordan, J.
Birenberg, I. E., siehe Kravčenko, V. S.
Bishara, S. W., siehe Khalifa, H.
Bishop, C. T., und F. P. Cooper, Trennung und Bestimmung von Methyläthern der Glucose 376
Bishop, E., Methodische Fehler bei der Säure-Basen-Titration 284. — pH-Werte von Pufferlösungen 287

Bishop, J. A., Neue Adsorptionsindicatoren 288
Blake, M. J., Bestimmung von freiem Menthol in Pfefferminzöl 155
Blasius, E., und M. Fischer, Papierchromatographische und papierionophoretische Trennung der Elemente der Reduktionsgruppe 28 [Or]
Block, G. E., siehe Porter, C. W.
Blöckinger, G., Bestimmung des Polysulfidschwefels in Lösungen der Bariumpolysulfide 151
Blum, A. E., siehe Horn, M. J.
Blumenkrantz, N., Nachweis von Peroxyden 297
Blumentritt, G., siehe Bernhard, F.
Bobák, A., siehe Šingliar, M.
Bobtelsky, M., und M. M. Cohen, Reaktion zwischen N-haltigen organischen Verbindungen und Wismutnitrat in Gegenwart von Kaliumjodid 443. — Reaktion von Alkaloiden und stickstoffhaltigen Basen mit Tetraphenyloborat 444
Bode, F., Bestimmung von Cholesterin, Cholesterinestern und Cholesterin-Eiweißfraktionen 458
Bondarenko, L. S., N. P. Sotnikova, A. G. Karabaš und S. I. Pejzulaev, Bestimmung von Verunreinigungen in metallischem Zirkonium 391
Boulet, M., siehe Marier, J. R.
Bowersox, D. F., D. M. Smith und E. H. Swift, Untersuchung über die Fällung in saurer Lösung als Sulfid durch Thioacetamid 49
Boxer, J., Komplexometrische Bestimmung von Calcium im Blutserum mit Calcon als Indicator 232
Boyle, A., siehe Zlatkis, A.
Braunbeck, J., Meßanordnung zur Absorptions-Spektralphotometrie von Proben geringer Transparenz 124
Breckinridge jr., C. E., und J. E. Christian, Bestimmung von Salicylsäure 379
Brenner, N., E. Cieplinski, L. S. Ettre und V. J. Coates, Molekularsieb-Säulen in der gaschromatographischen Analyse 283. — Siehe auch Ettre, L. S.
Brida, J., siehe Šingliar, M.
Brieskorn, C. H., und H.-W. Berg, Verfahren zur Tryptophanbestimmung 78
Brieux de Mandirola, O., Spektroskopische Bestimmung der Seltenen Erden in Monaziten und Cerverbindungen 69
Briner, G. P., Bestimmung von Adeninpolyphosphaten im Krötenmuskel 463
Brochmann-Hanssen, E., siehe Kaul, P. N.
Broda, E., Radioaktive Isotope in der Biochemie 230 [L]
Brodie, B. B., und S. Udenfriend, Nachweis von Phenylalanin 77
Broekhuysen, J., siehe Deltour, G.
Broussaides, F. J., siehe Chleck, D. J.
Brown, J. B., siehe Klopper, A.
Bruckenstein, S., siehe Kolthoff, I. M.
Brühlmann, R., Bestimmung von Jod in Meeralgen und anderen pflanzlichen Stoffen 303
Brugger, G., Einfluß von Polyvinylalkohol auf die Bestimmung von Magnesium in Böden mit Titangelb 395
Budevskij, O. B., A. N. Karolev, R. A. Karanov und L. Simova-Filippova, Komplexometrische Bestimmung von Zink in Blei- oder Zinkkonzentraten 395
Bünte, H., Flammenphotometrische Calcium-, Kalium- und Natriumbestimmung in Harn 233
Bull, F. A., siehe Terres, E.
Bunce, S. C., siehe Wiberley, S. E.
Burger, K., siehe Schulek, E.
Burns, S. M., siehe Jones, A., sowie Mansford, K. R. L.
Busev, A. I., und Li Gyn, Molybdänometrie 51
Busev, A. I., T. N. Žolondkovskaja und Z. M. Kuznecova, Trennung von Indium und Gallium 295
Buss, H., H. W. Kohlschütter und S. Miedtank, Bestimmung kleiner Molybdängehalte in Wolfram und Wolframverbindungen 1 [Or]
Bussi, M., siehe Alfonsi, B.
Butler, J. R., und R. A. Hall, Abtrennung der Seltenen Erden und des Thoriums aus oxydischen Mineralien 145
Buzágh, A., und F. Szántó, Bestimmung des Säureäquivalents von Natriumtonmineralien 69

Cacace, F., und Inam-Ul-Haq, Radiometrische Analyse von tritiummarkierten organischen Verbindungen 129
Calbert, siehe Neal
Camp, B. J., und J. A. Moore, Bestimmung von N-Methyl-β-phenyläthylamin 451

Campbell, J. A., siehe Pelletier, O.
Campion, P. J., siehe Merritt, J. S.
Cannon, M. R., R. E. Manning und J. D. Bell, Viscosimetrische Messungen durch die kinetische Energie 128
Canter, R., siehe Cooper, J. A.
Capelle, R., Colorimetrische Bestimmung von Kupfer in reinen Metallen und Legierungen 139
Cariou, J., siehe Delga, J.
Carmichael, R. H., Bestimmung von Chlorpropamid im Plasma 309
Cartoni, G. P., und A. Liberti, Gaschromatographie sauerstoffhaltiger Terpene 379
Cartwright, P. F. S., Bestimmung von Wismut in Gegenwart von Blei 364
Čennikova, M. K., siehe Koršunov, I. A.
Čerkasov, N. C., siehe Pozdeeva, A. G.
Chain, E., siehe Berenblum, I.
Chapman, D., Infrarotspektroskopische Charakterisierung von Glyceriden 56
Chen, Li-Chun, Chung-Yen Wang und Chao-Wen Shen, Bestimmung von freien Aminosäuren in tierischen Geweben 77
Cheng, K. L., Bestimmung von Hafnium mit Xylenolorange 214. — Bestimmung von Selen 228. — Analytische Verwendung von Xylenolorange zur Eisenbestimmung 221
Cheung, H. L., siehe Reiner, M.
Chia-Chen Chu Kang, E. W. Keel und E. Solomon, Bestimmung von Vanadium, Eisen und Nickel in Mineralölen durch Röntgenemissionsspektrographie 303
Childs, W. A., siehe Strickland, R. D.
Chirigos, M. A., und S. Udenfriend, Bestimmung von Salicylsäure in biologischen Geweben 316
Chiu, J., siehe Juvet, R. S.
Chleck, D. J., F. J. Brousaides, W. Sullivan und C. A. Zeigler, Routinemäßige quantitative Analyse kleinster Mengen von Verbindungen, die aktiven Wasserstoff enthalten, mit Lithium-Aluminiumnitrid 372
Cho, A. K., W. L. Haslett und D. J. Jenden, Bestimmung von Kreatinphosphokinase 463
Choppin, G. R., siehe National Academy of Sciences Nuclear Science Series 432 [L]
Choudhury, R. B. R., und L. K. Arnold, Bestimmung des Neutralölgehaltes von rohen Pflanzenölen 304
Christensen, L. K., Bestimmung von freiem, nicht proteingebundenem Thyroxin im Serum 455
Christian, J. E., siehe Breckinridge jr., C. E., sowie Swartz, H. A.
Christian, W., siehe Warburg, O.
Christianov, V. K., siehe Baranov, V. I.
Chrustaleva, V. A., Bestimmung von Blei und Tetraäthylblei in der Luft, in den Auspuffgasen von Motoren usw. 137
Chu Kang, Chia-Chen, siehe Chia-Chen Chu Kang
Ciecierska-Stokłosa, D., K. Gorczyńska, J. Swiętosławaska und H. Walędziak, Spektrophotometrische Analyse von binären Gemischen 432
Cieplinski, E., siehe Brenner, N.
Cincevič, E. P., siehe Alimarin, I. P.
Cintra, A. B. U., siehe Martirani, I.
Clark, E. L., siehe Porter, C. W.
Clavé, siehe Sérès
Clayton, M. M., P. A. Adams, G. B. Mahoney, S. W. Randall und E. T. Schwartz, Mikrobestimmung der Chylomikronenzahl, der Fettsäureester, des Lipidphosphors und des Cholesterins im Blutserum 309
Clifford, A. F., und R. R. Olsen, Bestimmung von Organoalkaliverbindungen 373
Coates, V. J., siehe Brenner, N.
Cohen, M. M., siehe Bobtelsky, M.
Coleman, R. F., und J. L. Perkin, Bestimmung des Sauerstoffgehaltes in metallischem Beryllium 64
Collins, P., und H. Diehl, Bestimmung von Eisen in Wein 223
Cooper, F. P., siehe Bishop, C. T.
Cooper, J. A., R. Canter, F. L. Estes und J. H. Gast, Gerät zum Einlaufen von Säulen vor der Verwendung in der Gaschromatographie 433
Cooper, J. R., siehe Udenfriend, S.
Cooper, S. R., und O. F. Fowlkes, Polarographische Bestimmung von Phenylendiamindihydrochlorid 57
Cormier, M., P. Jouan und L. Girre, Verwendung von mit Kieselsäure imprägniertem Papier zur Trennung von Lipoiden 312
Corubolo, I., und T. Bicán-Fister, Bestimmung von Ipecacuanha-Alkaloiden in pharmazeutischen Zubereitungen 446
Coulombeau, J., und E. Jaudon, Bestimmung von Stickstoff in Stahl, Roheisen und Ferrolegierungen 67

Cowan, G. A., siehe Kleinberg, J.
Cox, F., siehe Ware, A. G.
Crawford, N., Bestimmung des Cholesterins im α- und β-Serumprotein 457
Crépy, O., siehe Jayle, M. F.
Crisler, R. O., siehe Fenton jr., A. J.
Csedö, K., siehe Kopp, E.
Csik, I., siehe Solymosi, F.
Cundiff, R. H., siehe Robinson jr., W. T.
Cyvina, B. S., und O. V. Kon'kova, Bestimmung von Scandium 293
Czakis, M., siehe Łodzińska, A.

Daecke, H., Papierchromatographie und Ionenaustauscher 281 [L]
Daecke, H., und R. Kraul, Über einen neuen Nachweis von Chlorpikrin 412 [Or]
Daniëls, A., siehe Massinon, J.
Danielsson, L., Colorimetrische Bestimmung von Bor mit Dianthrimid 205. — Bestimmung von Bor in Eisen 392
Dannenberg, E., Bestimmung von Cholesterin im Blut 456
Danon, J., und M. C. Levi, Papierchromatographische Auftrennung von Gemischen aus Scandium, Yttrium und den Lanthaniden 208
Darling, D. J., F. D. Miller, R. C. Bartsch und F. M. Trent, Automatischer Meßbereichswechsler in der Gaschromatographie 126
David, D. J., Bestimmung von Calcium in pflanzlichem Material 75
De, A. K., siehe Khopkar, S. M.
Dechene, E. B., Identifizierung von Meprobamat 159
Deibner, L., und P. Bernard, Bestimmung von schwefliger Säure 321
Delga, J., C. Pallaget und J. Cariou, Bestimmung der Belladonna-Alkaloide in Blattpulver 160
Deltour, G., J. Broekhuysen und L. Dierickx, Bestimmung von Carnitin in biologischen Substraten 454
Dema, I., und V. Voicu, Spektralphotometrische Bestimmung von Palladium mit Thiosalicylsäure 223
Demetriou, J. A., siehe Ware, A. G.
Desgrez, P., siehe Weinmann, S.
Desirant, J., siehe Pien, J.
Desneiges, P., Automatische Analyse in der nuklearen Technik 286
Dey, A. K., siehe Sangal, S. P., sowie Singh, E. J.
Dianov, M. P., und B. Ja. Teitelbaum, Bestimmung von Naphthalin in seinen Gemischen mit Phenol 378
Dickinson, L., Mikrobiologischer Nachweis von Phenylalanin 77
Didier, H.-J., siehe Neuwald, F.
Dieckert, J. W., siehe Hamilton, J. G.
Diehl, H., siehe Collins, P., sowie Kratochvil, B., und Smith, G. F.
Diemair, W., und A. Heiligenthal, Quantitative Bestimmung von Formaldehyd neben Hexamethylentetramin 55
Diemair, W., J. Koch und D. Hess, Zur Bestimmung der gesamten und freien schwefligen Säure im Wein 321 [Or]. — Die polarographische Bestimmung von l-Ascorbinsäure im Wein 330 [Or]
Dierickx, L., siehe Deltour, G.
Dinerstein, R. A., siehe Schmauch, L. J.
Dipietro, C., W. A. Sassaman und C. Merritt jr., Kohlendioxyd-Druckregulator für die Mikro-Dumas-Methode 129
Ditz, J., Stilbazo als metallochromer Indicator. Vorläufige Mitteilung 274 [Or]
Djatlovickaja, F. G., Bestimmung kleiner Phenolmengen in Industriewässer 384
Dobryszycka, W. M., siehe Mejbaum-Katzenellenbogen, W.
Domková, E., siehe Molnár, L.
Drăgusin, I., Komplexometrische Bestimmung von Barium und Sulfat 204
Dreyer, H., und D. Nehring, Zersetzung von Mischformiaten, Mischoxalaten und Mischcarbonaten und Analyse der frei werdenden Gase 284
Drozdowski, B., siehe Niewiadomski, H.
Dubbs, C. A., Bestimmung von Deuterium 359
Dubský, I., Komplexometrische Bestimmung von zweiwertigem Zinn 212
Duffield, J. J., und L. B. Rogers, Einflüsse von Verteilungsverhältnissen, der Viscosität und Menge der stationären Phasen auf die theoretische Bodenzahl gaschromatographischer Säulen 434
Dunbar, R. E., und F. J. Ferrin, Charakterisierung von Aminosäuren mit Hilfe ihrer Dibenzofuran-2-sulfonate 237
Ďurček, K., siehe Zbořil, V.
Duyckaerts, G., und R. Lejeune, Trennung von trägerfreien Radioisotopen 285

Dyer, F. F., siehe Schweitzer, G. K.
Džagacpanjan, R. V., siehe Bardenštejn, S. B.

Eccleston, B. H., siehe Whisman, M. L.
Eckschlager, K., Statistische Bewertung der Kjeldahlschen Methode zur Stickstoffbestimmung 371
Edwards, J. C., siehe Jaselskis, B.
Egorov, V. N., siehe Verny, E. A.
Eilen, A., siehe Klopper, A.
El-Aasser, A. A., siehe Issa, I. M.
Elliot, J. S., siehe Sharp, R. F.
El-Merzibani, M. M., siehe Issa, I. M.
Elving, J., und C. Titelbaum, Bestimmung der Ungesättigtheit 56
Erb, R. E., siehe Veenhuizen, E. L.
Erdey, L., E. B. Gere und E. Bányai, Variaminblausulfat als Redoxindicator 51
Erdey, L., L. Pólos und Z. Gregorowicz, Bestimmung von Nitraten, organischen Azo-, Diazo- und Nitroverbindungen 215
Erdey, L., K. Vigh und L. Pólos, Argentometrische Bestimmung von Ammoniak, Ammoniumion und organisch gebundenem Stickstoff mit Variaminblau als Indicator 215
Eremeeva, T. A., siehe Štutman, M. N.
Eschmann, H., Bestimmung der flüchtigen Säure im Wein 58
Eskevič, V. F., und L. A. Komarova, Amperometrische Titration von Uran mit Ammoniumvanadatlösung 209
Esterlis, K. A., siehe Nazarenko, V. A.
Estes, F. L., siehe Cooper, J. A.
Ettre, L. S., und N. Brenner, Sekundäreffekte bei Verwendung von Molekularsieben in Vorsäulen bei gaschromatographischen Trennungen 284. — Siehe auch Brenner, N.
Eulitz, G., Trennung der Erdalkalimetalle und des Bleis 360
Evtušenko, T. P., siehe Zilberštejn, C. I.

Faris, J. P., Absorption von etwa 50 Elementen an einem Anionenaustauscher 284
Farr, A. L., siehe Lowry, O. H.
Fata, E., siehe Lindner, K.
Faugeras, G., siehe Paris, R.
Faye, G. H., und W. R. Inman, Analyse von Zinn-Iridiumlegierungen 388
Fedotov, N. A., siehe Leont'ev, V. M.
Feigl, F., und V. Anger, Nachweis für Alkyl- und Arylester von anorganischen Säuren 375
Feigl, F., V. Anger und D. Goldstein, Nachweis primärer Halogenalkyle 373
Feigl, F., und D. Goldstein, Nachweise von o-Chinonen und Guanidincarbonat in der Tüpfelanalyse durch Pyrosynthese 265 [Or]
Feigl, F., D. Goldstein und D. Haguenauer-Castro, Contributions to Organic Spot Test Analysis 419 [Or]
Fellman, J. H., Bestimmung von Adrenalin neben Noradrenalin in Nebennierengewebe 315
Fenton jr., A. J., und R. O. Crisler, Bestimmung der cis-ungesättigten Anteile in Ölen durch Nah-Infrarot-Spektroskopie 304
Ferrari, A., F. M. Russo-Alesi und J. M. Kelly, Bestimmung von Streptomycin und Penicillin in Fermentansätzen 452
Ferrin, F. J., siehe Dunbar, R. E.
Feuersenger, M., Bestimmung von Rückständen arsenhaltiger Pflanzenschutzmittel auf Äpfeln 60
Fijantikova, G. V., siehe Nazarenko, V. A.
Fijolka, P., J. Lenz und F. Runge, Bestimmung der Ungesättigtheit 56
Filipowicz, B., S. Witkowski, K. Pilek und J. Golewski, Bestimmung von Phosphor in Nucleinsäuren des Blutes 319
Finston, H. L., siehe Heyn, A. H. A.
Fischer, M., siehe Blasius, E.
Fischl, J., siehe Rappaport, F.
Fiske, C., und Y. Subbarow, Bestimmung von Phosphor in Nucleinsäuren 319
Fiti, M., siehe Bădănoiu, M.
Forbes, J. W., und A. Telfer, Verfolgen von Reaktionen in einem Infrarotspektrophotometer 124
Fotherby, K., Bestimmung von Dehydroepiandrosteron im Harn 318
Fowlkes, O. F., siehe Cooper, S. R.
Franc, J., und M. Wurst, Gaschromatographische Analyse von Benzol Chlorbenzol, Phenyldichlorsilan, Diphenyl und Diphenyldichlorsilan 135
Franke, G., Kohlenwasserstoff-Gruppenanalyse von Benzinen 148
Fraser, J. R., und D. C. Holmes, Nachweis oxydierter Stärken 226

Fratkin, Z. G., siehe Zaidel, A. N.
Freedman, M. L., Oberflächenacidität von Wolfram- und Molybdäntrioxyd 398
Friedman, H. A., Bestimmung kleiner Mengen Nickel, Kupfer, Silicium, Eisen, Chrom, Aluminium und Lithiumhydroxyd in Lithiummetall oder Lithiumhydrid 384
Fripiat, J. J., G. Vancompernolle und A. Servais, Acidität der Oberfläche von Silicaten und Alumosilicaten 71
Fuchs, J., Neues Verfahren zur Bestimmung von Harnstoff 133
Fuga, N. A., siehe Nazarenko, V. A.
Fujita, M., siehe Kori, S.
Fukuda, H., siehe Muraki, I.
Fukushima, H., siehe Nakazima, T.
Funakubo, E., Y. Matsumoto und I. Kawanishi, Bestimmung von Anthracen 57
Furuki, C., siehe Mitsui, T.

Gage, J. C., Wirksamkeit von Absorptionsgefäßen bei Bestimmung von Verunreinigungen der Luft 381
Gaj, A., siehe Sedzimir, J.
Galle, A., siehe Beníšek, L.
Gandolfo, N., Reaktion von Schwefeldioxyd mit Zinknitroprussiat 61
Garber, Ju. N., S. I. Zelenevskaja und G. G. Rabuchina, Trennung von nahesiedenden Isomeren durch azeotrope Rektifikation 377
Garnett, J. L., siehe Anderson, J. R. A., sowie Aylward, G. H.
Gast, J. H., siehe Cooper, J. A.
Gedalia, I., siehe Jungreis, E.
Gel'man, N. E., M. O. Koršun, Ven'-Jun' Van und N. A. Balašova, Mikroanalytische Bestimmung von Kohlenstoff und Wasserstoff in organischen Verbindungen 54
Gere, E. B., siehe Erdey, L.
Gerstenfeld, S., siehe Saifer, A.
Geršuns, A. L., und L. Z. Kalmykov, Bestimmung von Silber mit Kupferthiuramat 292
Ghag, A. S., K. V. Modak und B. M. Kabadi, Bestimmung von Mangan in Tonen 395
Gibitz, H., Bestimmung von Cholesterin im Serum 456
Giefer, L., siehe Nielsch, W.
Girre, L., siehe Cormier, M.
Given, T., R. J. Magee und C. L. Wilson, Hochfrequenzluminescenzspektren 46
Gölles, F., Mikrobestimmung von Stoffgemischen mit Hilfe der kritischen Mischungstemperatur 52
Golby, R. L., siehe Yarbro, C. L.
Goldberg, G., A. S. Meyer jr. und J. C. White, Bestimmung von Oxyden in Metallfluoriden 301
Goldstein, D., siehe Feigl, F.
Goldstein, G., O. Menis und D. L. Manning, Extraktion von Thorium mit Thenoyltrifluoroaceton 209
Golewski, J., siehe Filipowicz, B.
Golosova, L. V., Trennung von Tere- und Isophthalsäure 57
Gorczyńska, K., siehe Ciecierska-Stokłosa, D.
Gordon, L., siehe Klein, D. H.
Gorjaev, M. I., S. A. Moškevič, R. N. Sazonova und I. M. Šabanov, Bestimmung von Ephedrin und Pseudoephedrin in Ephedra 159
Gorochova, A. N., siehe Alimarin, I. P.
Górski, A., Einfluß von Faktoren auf die Länge der Farbzone eines Ions bei der Adsorptionschromatographie an Aluminiumoxyd 433. — Siehe auch Kemula, W.
Gorski, J., siehe Veenhuizen, E. L.
Gorsuch, T. T., Trennung von Blei-212 von Thorium 295
Gounelle, J.-C., Papierchromatographie von Secosteroiden des Ketons-250 461
Grady, H. J., und M. A. Lamar, Anwendung eines automatischen Analysengerätes zur Bestimmung von Glucose im Blut 314
Graff, J., und D. Rittenberg, Bestimmung von Deuterium 359
Grecu, I., Gravimetrische Bestimmung von Cadmium 204
Gregorowicz, Z., siehe Erdey, L.
Griffing, M. E., C. T. Leacock, W. R. O'Neill, A. L. Rozek und G. W. Smith, Phosphorbestimmung in Benzin 147
Grigorenko, I. N., N. L. Olenovič und A. A. Morozov, Fällungschromatographische Bestimmung von Zink 204
Grimmer, G., siehe Neuwald, F.
Grinzajd, S. E., siehe Poluektov, N. S.
Gronsberg, E. Š., Bestimmung von Xylol in der Luft 382
Guilbault, G. G., siehe McCurdy jr., W. H.
Guinn, V. P., und C. D. Wagner, Instrumentelle Neutronenaktivierungsanalyse ohne chemische Operationen 47

Gundlach, H., W. Koch und G. Stövesand, Bestimmung von Calcium und Magnesium in Wässern 63
Gunew, D., Aufbringen großer Substanzmengen für papierchromatographische Trennungen 126
Guntry, C. H. R., siehe Andrew, T. R.
Gupta, J., siehe Subbaraman, P. R.
Sen Gupta, J. G., siehe Majumdar, A. K.
Gutterson, M., und T. S. Ma, Mikrotitrationen von organischen Basen in nichtwäßrigen Lösungsmitteln 54
Gwirtsman, J., siehe Ma, T. S.
Gyn, Li, siehe Busev, A. I.

Hachenberg, H., siehe Schwenk, U.
Hadjiioannou, T. P., siehe Malmstadt, H. V.
Haguenauer-Castro, D., siehe Feigl, F.
Hahn, G., siehe Jayme, G.
Haken, J. W., Vergleich zwischen verschiedenen Methoden der Ascorbinsäurebestimmung 229
Halfhide, P. F., siehe Herringshaw, J. F.
Hall, R. A., siehe Butler, J. R.
Hallén, A., Trennung von Chondrosin und Hyalobiuronsäure an sauren Austauschern 455
Hamilton, J. G., und J. W. Dieckert, Trennung von Steroiden auf Glaspapier 460
Hands, G. C., und A. F. F. Bartlett, Bestimmung von Schwefeldioxyd in Luft 61
Hansen, P. M. T., und R. McL. Whitney, Bestimmung von Carraghenin in Milcherzeugnissen 228
Hansen, R. P., siehe Hawke, J. C.
Han-Si Shen, siehe Alimarin, I. P.
Hanson, A., siehe Sjoerdsma, A.
Hara, S., N. Okamoto, G. Matsumura und D. Mizuno, Bestimmung von Organo-Quecksilber-Antiseptica in biologischem Material 233
Harris, A. F., siehe Saifer, A.
Hartkamp, H., Neue Reaktionen zum Nachweis und zur quantitativen photometrischen Bestimmung kleiner Nickelgehalte 19 [Or]
Hashitani, H., siehe Motojima, K.
Haslett, W. L., siehe Cho, A. K.
Haugaard, G., und J. D. Pettinati, Milchfettbestimmung 227
Havelka, S., und M. Rakovič, Radiometrische Kaliumbestimmung in Kunstdüngern und in natürlichen Kalisalzen 146
Hawke, J. C., R. P. Hansen und F. B. Shorland, Gaschromatographische Untersuchung der Methylester von Fettsäuren 133
Hawkings, R. C., siehe Merritt, W. F.
Hawkins, J. E., und T. W. Vogh, Analyse eines Dreikomponentengemisches 128
Hayes, J. W., siehe Aylward, G. H.
Hegedüs, A. J., siehe Pungor, E.
Heilbronner, E., siehe Kallen, J.
Heiligenthal, A., siehe Diemair, W.
Heller, K., und U. Wagner, Bestimmung von Selen in Prednison und seinen Derivaten 428
Hennig, K., und A. Lay, Erfahrungen mit der Methode von Rebelein zum Nachweis naturreiner und gezuckerter Weine 225
Hénon, G., siehe Baudin, G.
Henry, M., Bestimmung von Histamin in Lebensmitteln 229
Henry, R., und M. Thevenet, Bestimmung von Pregnandiol, Pregnantriol und 20-Ketopregnandiol im Harn 316. — Siehe auch Marcotte-Boy, G.
Hepfinger, N., siehe Arnett, E. M.
Herberg, R. J., Bestimmung von Kohlenstoff-14, Tritium und Schwefel-35 in Blut oder Gewebe 233
Herkenhoff, K., siehe Neuberger, A.
Herringshaw, J. F., und P. F. Halfhide, Potentiostat für elektrogravimetrische Analysen 46
Hess, D., siehe Diemair, W.
Hess, W. C., siehe Papapoulos, N. M.
Heuschkel, G., J. Wolny und S. Skoczowski, Bestimmung geringer Mengen von Propadien und Propin in Crackgasen 398
Heyn, A. H. A., und H. L. Finston, Magnesiumabtrennung von Natrium und Kalium 203
Hicks, G. P., siehe Malmstadt, H. V.
Hiepler, E., Bestimmung von Heparin im Blut 239
Hiiro, K., siehe Muraki, I.
Hill, A. G., siehe Quartermain, P. G.
Hinz, U., siehe Asmus, E.
Hirano, S., H. Kamada und H. Sato, Bestimmung von Eisen, Nickel und Kupfer in metallischem Uran 386
Hirano, S., A. Mizuike und K. Yamada, Trennung kleiner Mengen Gold von Kupfer 203
Hirono, A., siehe Nakayama T.
Hisada, M., und K. Kashikawa, Bleibestimmung mit ÄDTA 213

Höfle, K. H., Schnellauswertung der Elektrophoresediagramme menschlicher Seren 453
Höxter, G., siehe Martirani, I.
Hoffman, I., und M. Rowsome, Arsenmikrobestimmung in biologischem Material 61
Holmes, D. C., siehe Fraser, J. R.
Holt, B. D., Bestimmung von Mikrogrammengen Silicium in Plutonium und anderen Metallen 387
Honerlagen, H., siehe Müller, K. H.
Horáček, J., J. Körbl und V. Pechanec, Verbrennungskatalysatoren zur Bestimmung von Kohlenstoff und Wasserstoff in organischen Verbindungen 369
Horka, J., siehe Melichar, B.
Horn, M. J., D. B. Jones und A. E. Blum, Nachweis von Phenylalanin 77
Horowitz, R. M., Reaktion auf Flavanone 154
Horwatitsch, H., siehe Kainz, G.
Hoyle, W., siehe Belcher, R.
Hubicki, W., und S. Jusiak, Untersuchung der Kupfer- und Zinnsalze in flüssigem Ammoniumjodid 48
Humphrey, M. J., siehe Barker, S. E.
Hunold, G. A., und W. Pietrulla, Zur Bestimmung geringer Ozonmengen in der Raumluft. Ergänzende Mitteilung 271 [Or]
Hyde, E. K., siehe National Academy of Sciences Nuclear Science Series 432 [L]

Idleman, J. A., siehe McKenna jr., T. A.
Ievinš, A. F., siehe Bankovskij, Ju. A.
Ihida, M., Spektrographische Analyse geringer Aluminiumgehalte in Stahl 392
Inam-Ul-Haq, siehe Cacace, F.
Inman, W. R., siehe Faye, G. H.
Issa, I. M., A. A., El-Aasser und M. M. El-Merzibani, Low Temperature Oxidation of Oxalic Acid with Potassium Permanganate 12 [Or]
Issartel, R., siehe Marcotte-Boy, G.
Ito, M., siehe Kasagi, M.
Itsuki, K., B. Kobayashi und K. Nishino, Bestimmung von Wismut und Blei in Elektrolytsilber 138
Itsuki, K., und M. Nagao, Bestimmung von Wismut und Blei in Rohsilber 138

Jacob, K. D., Entwicklung der Düngemittelanalyse 302
Jacobs, W. D., Bestimmung von Rhodium 367. — Bestimmung von Palladium 367
Jäger, H., siehe Krauss, M. T.
Jakubec, I., siehe Melichar, B.
Jamatova, R. Š., siehe Timbekov, E. C.
James, A. T., Gaschromatographische Untersuchung von natürlichen Fetten unbekannter Zusammensetzung 226
Jander, G., und H. Wendt, Lehrbuch der analytischen und präparativen anorganischen Chemie 290 [L]
Janecke, H., und I. Maass-Goebels, Beobachtungen bei Vitaminbestimmungen. I. Mitt. Vitamin D 161 [Or]
Jaščenko, M. L., und E. S. Varšavskaja, Bestimmung von Kalium in Glimmern nach der Perchloratmethode 393
Jaselskis, B., und J. C. Edwards, Bestimmung kleiner Mengen Nitroprussiat und Aquo- bzw. Ammonopentacyanoferrat(II) 221
Jaudon, E., siehe Coulombeau, J.
Jaycox, E. K., Spektrographische Untersuchung von Nickel 366
Jayle, M. F., O. Judas und O. Crépy, Bestimmung von Pregnandiol im Harn 317. — Siehe auch Weinmann, S.
Jayme, G., G. Hahn und H. Knolle, Elektronenoptische Untersuchungen über Probleme der Chromatographie an Glasfaserpapier 194 [Or]
Jayme, G., und H. Knolle, Zur quantitativen Auswertung von Papierchromatogrammen durch Direktphotometrie im UV-Licht. Bestimmung von Zuckern 84 [Or]
Jeffay, H., F. O. Olubajo und W. R. Jewell, Bestimmung von Radioschwefel in biologischem Material 308
Jegorov, N. V., siehe Verny, E. A.
Jenden, D. J., siehe Cho, A. K.
Jenkins, R. H., siehe Shanahan, C. E. A.
Jennings, W. G., siehe Yaguchi, M.
Jewell, W. R., siehe Jeffay, H.
Jones, A., und S. M. Burns, Mikrobiologischer Nachweis von Phenylalanin 77. — Siehe auch Mansford, K. R. L.
Jones, D. B., siehe Horn, M. J.
Jones, N. R., Trennung und Bestimmung von Purinen, Pyrimidinen und Nucleosiden in der Kabeljaumuskulatur 462
Jones, R. N., und M. A. MacKenzie, Bestimmung von Deuterium in organischen Verbindungen 129
Jordan, J., J. Meier, E. J. Billingham jr. und J. Pendergrast, Thermochemische Titration in geschmolzenen Salzen 436

Jouan, P., siehe Cormier, M.
Joussot-Dubien, J., und G. Oster, Äquivalenzpunkt bei komplexometrischen Titrationen 285
Judas, O., siehe Jayle, M. F.
Judel, G. K., siehe Scharrer, K.
Jungreis, E., und I. Gedalia, Bestimmung von Jod in Trinkwasser 63
Jun-Sjan, C., siehe Alimarin, I. P.
Jusiak, S., siehe Hubicki, W.
Juvet, R. S., und J. Chiu, Bestimmung von Kohlenstoff in organischen Substanzen 369

Kabadi, B. M., siehe Ghag, A. S.
Kabannik, G. T., siehe Popova, O. I.
Kahane, E., und M. Kahane, Bestimmung von Reserpin 450
Kahane, M., siehe Kahane, E.
Kainz, G., und H. Horwatitsch, Über die Desaktivierung von Oxydationsschichten in Sauerstoffatmosphäre 406 [Or]
Kakemi, K., und S. Ohashi, Bestimmung von Fradiomycin 453
Kakemi, K., T. Yokota und T. Nadai, Bestimmung vonOxytetracyclin inAnwesenheit von Tetracyclin 452. — Bestimmung von Oxytetracyclin neben Ascorbinsäure 452
Kaliteevskij, N. I., siehe Zaidel, A. N.
Kallen, J., und E. Heilbronner, Gaschromatogramme einer labilen Verbindung 125
Kallina, D., und F. Kuffner, Trennung der gesättigten C_8-Alkohole durch Gaschromatographie 374
Kalmykov, L. Z., siehe Geršuns, A. L.
Kamada, H., siehe Hirano, S.
Kang, Chia-Chen Chu, siehe Chia-Chen Chu Kang
Kanno, T., Spektralphotometrische Bestimmung von Thorium mit Quercetinsulfonsäure 362
Kapeller, Adler und Kuhn, Nitrierung von Phenylalanin 77
Kapitańczyk, K., und Z. Kurzawa, Calciumbestimmung in Sanden, Böden, Kalksteinen und Dolomiten 394
Karabaš, A. G., siehe Bondarenko, L. S.
Karanagh, J. M., und F. E. Beamish, Bestimmung von Osmium und Ruthenium aus Erzen 394
Karanov, R. A., und A. N. Karolev, Photocolorimetrische Wismutbestimmung in raffiniertem Blei 65. — Siehe auch Budevskij, O. B.
Karasev, B. V., siehe Baranov, V. I.
Karbach, L., Potentiometrische Bestimmung von Eisen in Böden 145
Karimova, A. I., siehe Žuchovickij, A. A.
Karmen, A., und H. R. Tritsch, Identifizierung von getrennten ^{14}C-markierten Fettsäuremethylestern 133
Karolev, A. N., siehe Budevskij, O. B., sowie Karanov, R. A.
Karpov, E. T., siehe Kravčenko, V. S.
Kasagi, M., und M. Ito, Photometrische Mikro-Stickstoffbestimmung in organischen Verbindungen 129
Kashikawa, K., siehe Hisada, M.
Kassem, A. A., siehe Rahman, A.-A. A.
Kates, M., siehe McInnes, A. G.
Kato, N., Bestimmung von Vitamin B_{12} in Serumproteinen 311
Kaufmann, H. P., Analyse der Fette und Fettprodukte einschließlich der Wachse, Harze und verwandter Stoffe 281 [L]
Kaufmann, H. P., und G. Kessen, Papierchromatographische Trennung langkettiger aliphatischer Alkohole 130
Kaufmann, H. P., W. H. Nitsch, Analyse von Fettsäuren 132
Kaufmann, S., J. C. Medina und C. Zapata, Prüfung von Diosgenin 318
Kaul, P. N., E. Brochmann-Hanssen und E. L. Way, Bestimmung von Apomorphin 449
Kaup, R. R., siehe Steyermark, A.
Kawanishi, I., siehe Funakubo, E.
Kawase, A., siehe Yanagihara, T.
Kayser, A., siehe Márkus, L.
Kazakova, E. B., siehe Žigač, A. F.
Kazanskij, B. A., siehe Žuchovickij, A. A.
Keel, E. W., siehe Chia-Chen Chu Kang
Kelly, J. M., siehe Ferrari, A.
Kemula, W., und A. Górski, Faktoren, die die Länge der Farbzone eines Ions bei der Adsorptionschromatographie beeinflussen 433
Kessen, G., siehe Kaufmann, H. P.
Khalifa, H., und S. W. Bishara, The Acid-Base Properties of Solochrome Violett R. S. Part I 184 [Or]. — Solochrome Violet R. S. as a New Colorimetric Reagent. Part II. The Microdetermination of Vanadium 345 [Or]
Khalifa, H., und M. M. Khater, Back Titration with Mercuric Nitrate in Alkaline Medium. Estimation of Small Amounts of Chromium(III) and Analysis of its Binary Mixtures with some other Metals 260 [Or]

Khalifa, H., und F. A. Osman, Back Titration with Mercuric Nitrate in Alkaline Medium. Analysis of Tertiary Mixtures of Mercury(II) with some other Metals 116 [Or]
Khater, M. M., siehe Khalifa, H.
Khopkar, S. M., und A. K. De, Spektralphotometrische Bestimmung von Eisen(III) mit 2-Thenoyltrifluoroaceton 298
Kićanović, J., siehe Krleža, F.
Kienle, H., Symposium über Probleme der Spektralphotometrie 280 [L]
Kies, H. L., Übersicht über die potentiometrische Titration 127
Kigel, R. A., siehe Žigač, A. F.
Killick, R. A., siehe Morris, D. F. C.
Kim, C. K., siehe DeVoe, J. R.
Kimura, E., Ofen zur organischen Elementaranalyse 128
Kimura, Y., und V. L. Miller, Bestimmung von Methyl- und Äthylquecksilberverbindung sowie von metallischem Quecksilber in der Luft 136
Király, E., siehe Pungor, E.
Kirchner, H. H., siehe Wiegel, E.
Kishitaka, H., Analyse von Hochofenschlacke 302
Kissa, E., Aufstellung von Mikrowaagen 128
Kitazawa, T., M. Naito und F. Yoshida, Trennung und Bestimmung von Steroidhormonen 461
Klaushofer, H., Mikrobiologische Methoden in der analytischen Chemie 438
Kleenan, T. K., siehe Penneman, R. A.
Klein, siehe Séris
Klein, D. H., und L. Gordon, Keimbildung und Fällung von Silberchlorid aus homogener Lösung 202
Klein, D. H., L. Gordon und Th. H. Walnut, Kinetische Untersuchungen der Silberchloridfällung aus homogener Lösung 202
Kleinberg, J., und G. A. Cowan, siehe National Academy of Science, Nuclear Science Series 432 [L]
Klopper, A., A. Eilen, A. Michie und J. B. Brown, Bestimmung von Pregnandiol 317
Knjazeva, E. M., siehe Lukjanov, V. F.
Knolle, H., siehe Jayme, G.
Knypl, J. S., und R. Antoszewski, Schnellbestimmung kleiner Mengen von Adenin auf Papierchromatogrammen 380
Kobayashi, B., siehe Itsuki, K.
Kobayashi, Y., Mikrobestimmung von Schwefeldioxyd in Luft 62
Koch, H., Trennung der Alkalimetalle 290
Koch, J., siehe Diemair, W.
Koch, W., siehe Gundlach, H.
Kodama, K., und H. Shiio, Alkalibestimmung in Aluminiumoxyd 142
van Koeckhoven, L., siehe Wachsmuth, H.
Körbl, J., siehe Horáček, J.
Kohlschütter, H. W., siehe Buss, H.
Kolthoff, I. M., E. J. Meehan, S. Bruckenstein und H. Minato, Bestimmung von geringen Mengen Hydroperoxyden mit Arsen(III) 148
Komarova, L. A., siehe Eskevič, V. F.
Kon'kova, O. V., siehe Cyvina, B. S.
Kononenko, L. I., und N. S. Poluektov, Photometrische Germaniumbestimmung mit 6,7-Dihydroxy-2,4-diphenyl-benzopyranol 212. — Siehe auch Poluektov, N. S.
Konupčík, M., und O. Manoušek, Bestimmung von 2-Methyl-4-amino-5-acetaminomethylpyrimidin und 2-Methyl-4-amino-5-aminomethylpyrimidinsulfat 380
Kooj, J., Bestimmung von radioaktivem Strontium in Wasser 233
Kopp, E., E. Kotilla und K. Csedö, Bestimmung des Morphingehaltes reifer Mohnkapseln 448
Kori, S., Y. Tamaki und M. Fujita, Chromatographische Auftrennung der Opium-Alkaloide Morphin, Narcotin, Papaverin, Thebain, Codein und Narcein 447
Korkisch, J., Methode zur Bestimmung von Titan in natürlichen Wässern 39 [Or]. — Beiträge zur analytischen Chemie des Zirkoniums. VII. Komplexometrische Titration von Zirkonium und Hafnium unter Verwendung von Solochromschwarz 6 BN als Indicator 42 [Or]
Korotun, M. V., siehe Pavlinova, A. V.
Koršun, M. O., siehe Gel'man, N. E.
Koršunov, I. A., und M. K. Čennikova, Flammenreaktion und Zerreibungsanalyse 436
Korte, F., und H. Sieper, Identifizierung von Haschisch-Inhaltsstoffen 153
Kosolapova, T. Ja., und S. V. Radzikovskaja, Bestimmung des freien Kohlenstoffs in Chromcarbid 143
Kotilla, E., siehe Kopp, E.
Kotkowski, S., und A. Lassocińska, Peroxychromsäure als anorganischer Indicator in der Neutralisierungstitration 437

Kotljar, E. E., und T. N. Nazarčuk, Bestimmung von Bor in Borcarbid, Bornitrid und Borlegierungen 396
Kott, Y,. und N. Lichtenstein, Bestimmung von Lysin in Proteinhydrolysaten 79
Kováts, E., siehe Tóth, P.
Kratochvil, B., und H. Diehl, Bestimmung von Kobalt durch Oxydation mit Kaliumcyanomolybdat(V) 222
Kraul, R., siehe Daecke, H.
Kraus, K. A., siehe Nelson, F.
Krauss, M. T., H. Jäger, O. Schindler und T. Reichstein, Papierchromatographische Trennung von Hexamethylosen und ihren O-Methylderivaten 377
Kravčenko, V. S., I. E. Birenberg, E. T. Karpov und I. A. Magidson, Bestimmung von Methan in Grubengasen 62
Krejčí, M., und K. Tesařík, Trennung von Wasserstoff, Neon und Helium bei Normaltemperatur und —78° C an Calcium-Alumimiumsilicat 202
Kreyenbuhl, A., und H. Weiss, Gaschromatographische Trennung verschiedener Phenole 379
Krishnamurthy, K., siehe Venkatrao, S.
Krishnan, P. S., siehe Tewari, K. K.
Krleža, F., Abtrennung von Erdalkalien und Magnesium von Eisen in Gegenwart von Phosphat 293. — Abtrennung von Aluminium, Eisen und Chrom von Erdalkalien und Magnesium 293
Krleža, F., J. Kićanović und V. Marković, Abtrennung von Chrom in Gegenwart von Phosphat 293
Krleža, F., M. Savić und J. Kićanović, Abtrennung der Erdalkalien und Magnesium von Aluminium in Gegenwart von Phosphat 293
Krokowski, E., Beziehung zwischen Dosis und Effekt in der Röntgenstrahlenbiologie und Therapie 230
Kroll, W., Bestimmung von Bor mit Perhydrol und Salpetersäure 396
Kručkova, E. S., siehe Mustafin, I. S.
Kruglova, F. L., siehe Pozdeeva, A. G.
Kubisz, K., siehe Sędzimir, J.
Kubo, M., siehe Oda, N.
Kuffner, F., siehe Kallina, D.
Kugler, E., siehe Tóth, P.
Kuhn, siehe Kapeller
Kund, G. G., siehe Zaidel, A. N.
Kurzawa, Z., siehe Kapitańczyk, K.
Kustas, V. L., und G. V. Lazebnaja, Bestimmung der Seltenen Erden in Samarium und Europium 208
Kuznecova, Z. M., siehe Busev, A. I.
Kwiatkowski, E., und J. Szychliński, Bestimmung von Chlor und Silicium in der Benzollösung von Siliciumtetrachlorid 396

Lal, M., siehe Taimni, I. K.
La Lau, C., Massenspektrometrische Untersuchung von Erdöldestillaten 399
Lamar, M. A., siehe Grady, H. J.
Langstroth, G. O., und D. Andrychuk, Gegenseitige Beeinflussung von Fe, Ni, Cr und Ti in der Spektralanalyse 365
Larkey, B. J., und J. S. Belko, Vorfärben der α- und β-Lipoproteide bei der Papierelektrophorese 312
Lassner, E., und R. Scharf, Bestimmung von Zirkonium, Hafnium und Thorium in Wolframmetall oder -legierungen 391
Lassocińska, A., siehe Kotkowski, S.
Laster, L., siehe Liddle, L.
Lauber, E., Unterscheidung von raffinierten und nicht raffinierten Olivenölen 59
Lauer, R. S., und N. S. Poluektov, Bestimmung von Tantalbeimengungen in Zirkonium, Hafnium und Niob 139. — Siehe auch Poluektov, N. S.
Laursen, T., Bestimmung der Milchsäuredehydrogenaseaktivität im Serum 464
Law, S. W., siehe Aylward, G. H.
Lay, A., siehe Hennig, K.
Lazebnaja, G. V., siehe Kustas, V. L.
Leacock, C. T., siehe Griffing, M. E.
Lebedeva, N. V., siehe Nazarenko, V. A.
Lederer, E., Chromatographie en Chimie Organique et Biologique. Volume I. 281 [L]
Lee, W., und J. H. Turnbull, Bestimmung von Phenol in Lösungen neben Tyrosin, Tryptophan, Histidin und Chymotrypsin 56
Leemann, H. G., Spektropolarimetrie 282
Lehmann, K., siehe Schormüller, J.
Lejeune, R., siehe Duyckaerts, G.
Lenz, J., siehe Fijolka, P.
Leont'ev, V. M., und N. A. Fedotov, Hochwiderstands-Polarographie an vibrierenden Platinelektroden 435
Levi, M. C., siehe Danon, J.

Levin, E., Bestimmung von Amylase in biologischem Material 320
Levin, I. S., R. A. Polovinkina und O. M. Polunina, Vollständige Indiumtrennung aus zinnhaltigen Materialien 211
Lewis, L., siehe Sharp, R. F.
Liberti, A., siehe Cartoni, G. P.
Lichtenstein, N., siehe Kott, Y.
Liddle, L., J. E. Seegmiller und L. Laster, Enzymatische Bestimmung von Harnsäure 462
Liefschütz, J., Bestimmung von Cholesterin 456
Liepinja, Z. E., siehe Bankovskij, Ju. A.
Li Gyn, siehe Busev, A. I.
Linde, H. W., Bestimmung von Fluorid in Körperflüssigkeiten 234
Lindner, K., und E. Fata, Trennung von Aminosäuren und Zuckern 310
Lipowitz, J., siehe Arnett, E. M.
Lisicyna, E. V., siehe Lysenko, V. I.
Lock, L. C., siehe Anderson, J. R. A.
Łodzińska, A., und M. Czakis, Systematische qualitative Analyse von Gemischen fester anorganischer Substanzen 436
Long, C., und D. A. Staples, Bestimmung von Neuraminsäure in rohen Gehirnlipoiden 454
Lopez, J. A., siehe Lowry, O. H.
Lott, P. F., und R. K. Vitek, Bestimmung von Wismut mit Dimethylglyoxim 216
Lowry, O. H., und J. A. Lopez, Bestimmung von Orthophosphat 216
Lowry, O. H., N. J. Rosebrough, A. L. Farr und R. J. Randall, Phenol-Biuret-Reagens 312
Ludwieg, F., siehe Scheffer, F.
Lukjanov, V. F., und E. M. Knjazeva, Bestimmung von Zirkonium in Erzen und Konzentraten 214
Lupu, C., und G. Stănescu, Bestimmung der isomeren Hexachlorcyclohexane 152
Lyscova, G. G., siehe Strel'nikova, N. P.
Lysenko, V. I., und E. V. Lisicyna, Abtrennung des Galliums von anderen Metallen 295
Lyssy, G. H., siehe Simon, W.
Lysyj, I., Bestimmung von Chlor in organischen Verbindungen 372

Ma, T. S., und J. Gwirtsman, Verbrennungsmethode zur Bestimmung von Fluorid 371. — Siehe auch Gutterson, M.
Maass-Goebels, I., siehe Janecke, H.
McAllister jr., H. C., und C. L. Yarbro, Bestimmung von Calcium in Blutserum 232
McCurdy jr., W. H., und G. G. Guilbault, Oxydimetrische Titration von Quecksilber(I) mit Cer(IV)-sulfat 360
Macek, K., Papierchromatographische Bestimmung von Barbituraten 441
McGuire, D., siehe Arnett, E. M.
Macher, F., Spektralanalyse in Laboratorien von Eisengießereien 67
McInnes, A. G., N. H. Tattrie und M. Kates, Bestimmung von Monoglyceriden im Gemisch mit freien Fettsäuren, Di- und Triglyceriden 376
Mack, P. A., siehe Strickland, R. D.
McKenna jr., T. A., und J. A. Idleman, Bestimmung von C_4- und leichteren Kohlenwasserstoffen 373
MacKenzie, M. A., siehe Jones, R. N.
McLane, J. E., siehe Papapoulos, N.M.
Magee, R. J., und I. A. P. Scott, Papierchromatographische Trennung von Aluminium, Gallium, Indium und Thallium 206. — Siehe auch Given, T.
Magidson, I. A., siehe Kravčenko, V. S.
Mahoney, G. B., siehe Clayton, M. M.
Mai, L. A., Bestimmung von Harnsäure im Harn 462
Maiorov, L. S., siehe Sergienko, S. R.
Majer, J., siehe Šaršúnová, M.
Majumdar, A. K., und J. G. Sen Gupta, Spectrophotometric Determination of Ruthenium. Anthranilic Acid as a Reagent 401 [Or]
Majumdar, A. K., und A. K. Mukherjee, Trennung von Niob und Tantal von Zirkonium mit Salicylhydroxamsäure 218
Majumdar, A. K., und C. P. Savariar, Spectrophotometric Determination of Zirconium with 9-Methyl-2,3,7-trihydroxy-6-fluorone 352 [Or]
Makay-Bódi, E., siehe Maros-Gréger, K.
Malá, D., siehe Melichar, B.
Malissa, H., Verbesserungen bei der organischen Mikroelementaranalyse 53. — Verhalten von isolierten Einschlüssen aus Eisenwerkstoffen bei hohen Temperaturen 67
Malmstadt, H. V., und T. P. Hadjiioannou, Bestimmung von Calcium 235
Malmstadt, H. V., und G. P. Hicks, Bestimmung von Glucose im Serum 239

Malmstadt, H. V., und J. D. Winefordner, Bestimmung von Chlorid im Blutserum oder Plasma 235
Malý, E., Mikroanalyse von organischen Verbindungen 367
Manabe, K., siehe Nozaki, T.
Mandák, M., L. Zathurecký, L. Molnár und J. Tomáška, Bestimmung von zwei- und dreiwertigem Eisen in galenischen Präparaten 440
Manning, D. L., siehe Goldstein, G.
Manning, R. E., siehe Cannon, M. R.
Manoušek, O., siehe Konupčík, M.
Mansford, K. R. L., A. Jones und S. M. Burns, Nachweis von l-Phenylalanin in Caseinhydrolysaten 77
Marcotte-Boy, G., R. Henry und R. Issartel, Bestimmung von Hexosamin im Harn 315
Mardsen, K., Bestimmung von Spuren von Cyaniden im Fischgewebe 234
Mariani, I., siehe Martirani, I.
Marier, J. R., und M. Boulet, Direkte Lactosebestimmung in Milch und Serum 227
Marion, F., Untersuchung von Eisenkoks 71
Marion, F., und J. Aubry, Bestimmung von Eisen mit Triammoniumtetrathiocyanato-argentat 71
Marković, V., siehe Krleža, F.
Markunas, P. C., siehe Robinson jr., W. T.
Márkus, L., und A. Kayser, Quantitative Bestimmung von ε-Caprolactam 76
Maros-Gréger, K., I. Vancsó-Szmercsányi und E. Makay-Bódi, Bestimmung der Ungesättigtheit von ungesättigten Polyestern 56
Martin, E. C., Papierchromatographische Untersuchung salpetersaurer Wismutlösungen 217
Martin, R. L., Gaschromatographische Analyse olefinischer Naphthas 399
Martin, R. L., und J. C. Winters, Bestimmung der Zusammensetzung von Rohölen 398
Martirani, I., G. Höxter, B. L. Wajchenberg, I. Mariani und A. B. U. Cintra, Bestimmung von Polysaccharidhexosen und -hexosaminen im normalen menschlichen Serum 455
Masato, K., siehe Niki, E.
Mashima, M., Colorimetrische Bestimmung von Kupfer 202. — Gravimetrische und volumetrische Bestimmung von Aluminium mit N,N′-Äthylendianthranilsäure 206
Massinon, J., und A. Daniëls, Anwendung der Spektralanalyse im Laboratorium für Eisen- und Stahluntersuchungen 392
Matano, N., siehe Yanagihara, T.
Măntescu, C., siehe Bădănoiu, M.
Matrka, M., und Z. Ságner, Titration von Vanadium(II)-salzen mit Eisen-(III)-ammoniumsulfat 296
Matsumoto, Y., siehe Funakubo, E.
Matsumura, G., siehe Hara, S.
Matsuyama, G., Quecksilber(II)-chloridlösungen für maßanalytische Zwekke 288
Maywald, E. C., siehe Schoch, T. J.
Medina, J. C., siehe Kaufmann, S.
Meditsch, J. de Oliveira, Bestimmung von Schwefelsäure 219
Meehan, E. J., siehe Kolthoff, I. M.
Mehta, T. N., M. S. Murty und P. M. Meshramkar, Bestimmung gesättigter Fettsäuren in Fettsäuregemischen 375
Meier, J., siehe Jordan, J.
Meinke, W. W., siehe DeVoe, J. R.
Mejbaum-Katzenellenbogen, W., und W. M. Dobryszycka, Bestimmung von Serumproteinen 238
Melichar, B., J. Horka, E. Nečesaná und D. Malá, Azeotrope Destillation 440
Melichar, B., und I. Jakubec, Äthanolbestimmung mit Hilfe der azeotropen Destillation 440
Mengel, K., siehe Scharrer, K.
Menis, O., siehe Goldstein, G.
Menkynová, J., siehe Šaršúnová, M.
Menon, V. P. M., siehe Athavale, V. T.
Merritt jr., C., siehe Dipietro, C.
Merritt, J. S., J. G. V. Taylor, W. F. Merritt und P. J. Campion, Bestimmung von Schwefel-35 219
Merritt, W. F., und R. C. Hawkings, Absolutbestimmung von Schwefel-35 218. — Siehe auch Merritt, J. S.
Meshramkar, P. M., siehe Mehta, T. N.
Mevel, N., J. Angot und L. Vanoverberghe, Flammenphotometrische Bestimmung von Kalium in Düngemitteln 303
Meyer jr., A. S., siehe Goldberg, G.
Michailova, Z. K., siehe Rjabčikov, D. I.
Michie, A., siehe Klopper, A.
Miedtank, S., siehe Buss, H.
Mikhail, S. Z., und J. J. Stewart, Trivalent Molybdenum as Volumetric Reducing Agent for Admixed Oxidizing Agents 335 [Or]
Miller, F. D., siehe Darling, D. J.

Miller, V. L., siehe Kimura, Y.
Minato, H., siehe Kolthoff, I. M.
Mitchell, G. P., und G. Orme, Spektrographische Lösungstechnik für die Analyse von Nickel 366
Mitchell, R. F., Abscheidung der Actiniden bei Tracerkonzentrationen 208
Mitra, S. N., und B. R. Roy, Nachweis von Metanilgelb in Hülsenfrüchten 229
Mitsui, T., und C. Furuki, Wägecapillare für flüchtige Substanzen zur C-, H- und N-Bestimmung 370
Miyade, E., siehe Muraki, I.
Miyakawa, T., Nachweis und quantitative Bestimmung hochungesättigter Fettsäuren 132
Miyake, S., siehe Takahashi, T.
Mizuike, A., siehe Hirano, S.
Mizuno, D., siehe Hara, S.
Modak, K. V., siehe Ghag, A. S.
Moiseeva, L. M., siehe Prževalsky, E. S.
Molnár, L., und E. Domková, Colorimetrische Bestimmung von Estern der Veratrum-Alkaloide 446
Molnár, L., und K. Molnárová, Oscillopolarographische Bestimmung von Chinin-Alkaloiden 445. — Siehe auch Mandák, M.
Molnárová, K., siehe Molnár, L.
Momose, T., Y. Ueda und Y. Mukai, Nachweis für Kohlenstoff 368
Momose, T., Y. Ueda, Y. Mukai und K. Watanabe, Fluorimetrische Isonicotinsäurehydrazidbestimmung 443
Monforte, F., Bestimmung von Cholesterin 456
Moore, J. A., siehe Camp, B. J.
Morgan, D. J., Komplexe Bindung der NO-Gruppe 296
Morozov, A. A., siehe Grigorenko, I. N.
Morris, D. F. C., und R. A. Killick, Bestimmung von Silber in Platinschwamm 67
Mošкevič, S. A., siehe Gorjaev, M. I.
Motchane, A. E., siehe Napoli, J. A.
Motojima, K., und H. Hashitani, Bestimmung von Metallen mit Oxin und 8-Hydroxychinaldin 49
Müller, K. H., und H. Honerlagen, Bestimmung von Azulen-Bildnern in der Schafgarbe 157
Müting, D., und K. N. Shivaram, Bestimmung von freien Aminosäuren im Liquor cerebrospinalis gesunder Menschen 238
Mukai, Y., siehe Momose, T.
Mukherjee, A. K., siehe Majumdar, A. K.
Murakami, T., Bestimmung von Stickstoff in Nitrocellulose und Salpetersäure 150
Muraki, I., K. Hiiro, H. Fukuda und E. Miyade, Bestimmung von Bor mit Methylviolett 206
Murty, M. S., siehe Mehta, T. N.
Mustafin, I. S., und E. S. Kručkova, Bestimmung von Calcium in Gegenwart von Magnesium in Wasser 383
Mutschler, E., siehe Teichert, K.
Myers, J. T., siehe Ackerman, J. A.

Nadai, T., siehe Kakemi, K.
Nagao, M., siehe Itsuki, K.
Nagasawa, K., und T. Watanabe, Farbreaktionen und Tüpfelprobe der Steroide in Glascapillaren 459
Naito, M., siehe Kitazawa, T.
Nakayama, T., T. Amako und A. Hirono, Bestimmung von Eisen in Titanschlacken 142
Nakazima, T., und H. Fukushima, Bestimmung kleiner Konzentrationen verschiedener Elemente in Zirkoniumoxyd 397
Napoli, J. A., B. Z. Senkowski und A. E. Motchane, Bestimmung von Vitamin A in pharmazeutischen Präparaten 156
National Academy of Sciences, Nuclear Science Series 431 [L]
Nazarčuk, T. N., siehe Kotljar, E. E.
Nazarenko, V. A., N. A. Fuga, G. V. Fljantikova und K. A. Esterlis, Bestimmung von Blei- und Zinkbleimengen in Indium und Thallium 138
Nazarenko, V. A., und N. V. Lebedeva, Bestimmung von Germanium mit Trioxyfluoronderivaten 211
Neal und Calbert, Nachweis von Antibiotica 228
Nečesaná, E., siehe Melichar, B.
Nehring, D., siehe Dreyer, H.
Neihof, R., und S. Schuldiner, Störende Gasentwicklung an Elektroden von Elektrophoreseapparaturen 126
Nelson, F., und K. A. Kraus, Austreiben von Germaniumtetrachlorid im Stickstoffstrom 212
Nerheim, A. G., Trennsäule mit beweglichem Heizapparat zur Gaschromatographie 125
Neuberger, A., E. Schöffmann und K. Herkenhoff, Untersuchung von Erzen und ähnlichen Stoffen auf colorimetrischem Wege 300

Neuwald, F., H.-J. Didier und G. Grimmer, Säulenchromatographische Bestimmung von Digitoxin in Fingerhutblättern 442
Nielsch, W., und L. Giefer, Bestimmung von Isonicotinsäurehydrazid und N-Acetyl-D-glucosaminylisonicotinsäurehydrazid 158
Niewiadomski, H., B. Drozdowski und W. Zwierzykowski, Zusammensetzung der Fettsäuren des Samenöls des abessinischen Meerkohles 75
Niki, E., und K. Masato, Bestimmung von Kohlenstoff und freiem Kohlenstoff in Titancarbiden und Sintermetallegierungen 390
Nikitina, O. N., siehe Zilberštejn, C. I.
Nikonova, M. P., siehe Poluektov, N. S.
Nishimura, T., siehe Yasumori, Y.
Nishino, K., siehe Itsuki, K.
Nitsch, W. H., siehe Kaufmann, H. P.
Noe, J., siehe Sawicki, E.
van Norman, J. D., und R. A. Osteryoung, Bestimmung von Dichromaten, Metaphosphaten und Metavanadaten 219
Notrica, S., siehe Ware, A. G.
Nozaki, T., H. Baba und H. Araki, Aktivierungsanalytische Bestimmung von Jod in Silicium 388
Nozaki, T., und K. Manabe, Trennung von Lithium, Natrium und Kalium 291
Nožkina, I. A., siehe Sergienko, S. R.
Nydahl, F., Komplexometrische Bestimmung von Alumium 361
Nyman, C. J., und G. S. Alberts, Rhodanid-Quecksilberkomplexe 51

Occhipinti, C., siehe Bertoglio Riolo, C.
Oda, N., M. Kubo und T. Yamagishi, Bestimmung von Kohlenstoff und Wasserstoff in Titantetrachlorid 397
O'Doherty, D., siehe Papapoulos, N. M.
Oehme, F., Analyse ternärer Lösungsmittelgemische 286
Ohashi, S., siehe Kakemi, K.
Ohls, K., siehe Asmus, E.
Okáč, A., und M. Bartušek, Nickel- und Manganbestimmung mit Formaldoxim 198 [Or]
Okamoto, N., siehe Hara, S.
Olenovič, N. L., siehe Grigorenko, I. N.
de Oliveira Meditsch, J., Bestimmung von Schwefelsäure 219
Oliver, J. P., siehe Seely, G. R.
Olsen, R. R., siehe Clifford, A. F.
Olubajo, F. O., siehe Jeffay, H.
O'Neill, W. R., siehe Griffing, M. E.
Orme, G., siehe Mitchell, G. P.
Orsini, F., siehe Pien, J.
Osman, F. A., siehe Khalifa, H.
Oster, G., siehe Joussot-Dubien, J.
Osteryoung, R. A., siehe van Norman, J. D.
Ottenbrite, R. M., siehe Thibert, R. J.
Ovčar, L. A., siehe Poluektov, N. S.
Owen, A. G., und W. J. Price, Haltbarkeit von Aluminonlösungen 287

Palei, P. N., siehe Rjabčikov, D. I.
Pallaget, C., siehe Delga, J.
Panek, A., Nachweis von Enzymen durch Papierchromatographie 319
Pantani, F., und G. Piccardi, Bestimmung von Platin, Rhodium, Iridium, Palladium und Gold 299
Papapoulos, N. M., W. C. Hess, D. O'Doherty und J. E. McLane, Bestimmung des Gesamtproteins und des γ-Globulins in der Rückenmarksflüssigkeit bei Nervenerkrankungen 79
Papendick, K., Bestimmung von Carotin in Rauhfutter und Trockengrünfutter 150
Paris, R., und G. Faugeras, Trennung und densitometrische Bestimmung von Flavonoiden und Heterosiden 136
Paul, H. L., Bestimmung des Nucleinsäuregehaltes pflanzlicher Viren 318
Pavlinova, A. A., M. V. Korotun und A. E. Procenko, Empfindlichkeit des Kaliumnachweises durch Bildung eines Tripelsalzes 292
Pavlova, P. S., siehe Žuchovickij, A. A.
Paz-Castro, M., siehe Bermejo-Martínez, F.
Pechanec, V., siehe Horáček, J.
Pejzulaev, S. I., siehe Bondarenko, L. S.
Pelletier, O., und J. A. Campbell, Bestimmung von Niacin 157
Pendergrast, J., siehe Jordan, J.
Penneman, R. A., und T. K. Kleenan, siehe National Academy of Sciences, Nuclear Science Series 432 [L]
Perkin, J. L., siehe Coleman, R. F.
Perrin, J., und L. Saunders, Trennung von Phosphatidgemischen 454
Pesez, M., und J. Bartos, Photometrische Bestimmung von Glyoxylsäure 134
Peters, K., siehe Ballczo, H.
Petras, D. A., siehe Steyermark, A.
Petri, H. R., siehe Bergner, K. G.
Petrikova, M. N., siehe Alimarin, I. P.

Pettinati, J. D., siehe Haugaard, G.
Piccardi, G., siehe Pantani, F.
Pien, J., J. Desirant, F. Orsini und P. Avril, Bestimmung von Selen in Milchpulver 228
Pierce, T. B., Bestimmung kleiner Silberhegalte in Abwässern 383
Pierrain, J., Apparatur zur Registrierung geringer Mengen Sauerstoff 62
Pietrulla, W., siehe Hunold, G. A.
Pijck, J., siehe National Academy of Sciences, Nuclear Science Series 432 [L]
Pilek, K., siehe Filipowicz, B.
Pinto, N., siehe Rappaport, F.
Pirjutko, M. M., siehe Zilberštejn, C. I.
Plummer, M. E., und F. E. Beamish, Eisen-Nickel-Kupfer-Gemisch zur Bestimmung von Palladium und Platin 394
Podleski, T. R., siehe Strickland, R. D.
Poe, C. F., siehe Shell, J. W.
van der Pol, H. J., und R. F. Rekker, UV-Absorptionsspektren der Pharmaceutica mit isolierten Phenylgruppen 160
Pólos, L., siehe Erdey, L.
Polovinkina, R. A., siehe Levin, I. S.
Poluektov, N. S., L. I. Kononenko und R. S. Lauer, Mikrobestimmung von Bor 206
Poluektov, N. S., M. P. Nikonova und S. E. Grinzajd, Flammenphotometrische Bestimmung von Lithium und Caesium in Erzen mit einem integrierenden Gerät 70
Poluektov, N. S., S. B. Popova und L. A. Ovčar, Flammenspektrometer mit Spektrumregistrierung auf Papier 438. — Siehe auch Kononenko, L. I., sowie Lauer, R. S.
Polukarov, A. N. und O. K. Seljanina, Bestimmung von Antimon und Arsen im Elektrodenschlamm der Kupferelektrolyse 69
Polunina, O. M., siehe Levin, I. S.
Popova, N. M., siehe Zaslavskaja, L. V.
Popova, O. I., und G. T. Kabannik, Säurebeständigkeit und Analysenverfahren der Nitride von Titan, Zirkonium, Niob und Tantal 143
Popova, S. B., siehe Poluektov, N. S.
Porter, C. W., E. L. Clark und G. E. Block, Trennung und Bestimmung von drei phenolischen Östrogenen 317
Portillo, R., P. Sanz Pedrero und J. B. Benmamam, Polarographische Bestimmung von Mangan in biologischem Material 236
Potter, E. C., und J. F. White, Dead stop-Methode 137
Poulsen, K. G., Polarimetrische Zusatzgeräte zum Beckman-DU-Spektralphotometer 289
Pozdeeva, A. G., N. C. Čerkasov und F. L. Kruglova, Bestimmung von Pyridin und seinen Homologen in Teerbasenfraktionen 147
Pozsgay, Gy., siehe Vescernyes, L
Pratt, C., und S. H. Wender, Identifizierung von Rutin und Isoquercitrin in Baumwollsamen 305
Přibil, R., Xylenolorange als Indicator bei komplexometrischen Titrationen 127. — Siehe auch Vydra, F.
Price, W. J., siehe Owen, A. G.
Procenko, A. E., siehe Pavlinova, A. V.
Prusíková, M., siehe Stárka, L.
Prževalsky, E. S., und L. M. Moiseeva, Gravimetrische Bestimmung geringer Berylliummengen 203
Przybyszewska, K., siehe Basińska, H.
Pungor, E., und A. J. Hegedüs, Flammenphotometrische Analyse von Erdalkalioxydkathoden 71
Pungor, E., und E. Király, Bestimmung von Natrium und Kalium in pharmazeutischen Grundstoffen 439
Pungor, E., und E. É. Zapp, Schnellbestimmung von Aluminium durch Hochfrequenztitration 206

Quartermain, P. G., und A. G. Hill, Bestimmung kleiner Mengen Sulfat 297

Rabuchina, G. G., siehe Garber, Ju. N.
Radzikovskaja, S. V., siehe Kosolapova, T. Ja.
Rahman, A.-A. A., und A. A. Kassem, Papierchromatographische Trennung und Identifizierung von Xanthotoxin, Imperatorin und Bergapten in Auszügen von Ammi majus L. 157
Rajan, K. S., siehe Subbaraman, P. R.
Rajzman, A., Quantitative Mikrobestimmung von Diphenyl in Einwickelpapier 76
Raković, M., siehe Havelka, S.
Ralls, J. W., Halbquantitative Bestimmung von flüchtigen Aldehyden, Ketonen und Säuren 374
Ramachandran, T. P., siehe Athavale, V. T.

Randall, R. J., siehe Lowry, O. H.
Randall, S. W., siehe Clayton, M. M.
Rankoff, G., L. Stoilov und S. Spassov, Trennung von Sonnenblumenölfettsäuren mittels Harnstoffeinschlußverbindungen 226
Rao, Ch. Bheemasankara und V. Venkateswarlu, Analytical Application of Embelin. Part II. Estimation of Aluminium and Beryllium and their Separation 277 [Or]
Rappaport, F., J. Fischl und N. Pinto, Bestimmung von 17-Ketosteroiden in Harn 240
Rebelein, H., Nachweis naturreiner und gezuckerter Weine 225
Rees, D. A., Papierchromatographische Auftrennung sulfurierter Glucose 135
Reichstein, T., siehe Krauss, M. T.
Reiner, M., und H. L. Cheung, Bestimmung von Fibrinogen in Plasma 312
Rekker, F. R., siehe van der Pol, H. J.
Rentsch, G., Analytik von Saatbeizmitteln auf Phenylquecksilberbrenzcatechinbasis 100 [Or]
Rentschler, H., Nachweis von Hybridenwein in Wein aus Vinifera-Reben 224
Rjabčikov, D. I., P. N. Palei und Z. K. Michailova, Abtrennung des Urans von Begleitmetallen 210
Rice, E. W., Verwendung einer mit Sorbinsäure stabilisierten Stärkelösung zur Amylasebestimmung 320
Richly, W., siehe Asmus, E.
Ringbom, A., siehe Wänninen, E.
Risse, E., Bestimmung von Kupfer im Serum 231
Rittenberg, D., siehe Graff, J.
Ritter, D. M., siehe Seely, G. R.
Robinson, J. W., siehe Seefield, E. W.
Robinson jr., W. T., R. H. Cundiff, A. J. Sensabaugh und P. C. Markunas, Neutralisationsäquivalente von Estern der 3,5-Dinitrobenzoesäure 56
Rochelmeyer, H., siehe Teichert, K.
Römisch, H., Bestimmung von Rutin und Flavanol in Pflanzenextrakten und pharmazeutischen Präparaten 154
Rösseler, M., Bestimmung von Kalium durch Messung der β-Aktivität von ^{40}K 292
Rogers, L. B., siehe Duffield, J. J.
Rogers, R. N., S. K. Yasuda und J. Zinn, Apparatur zur Aufnahme von Pyrolysekurven organischer und anorganischer Verbindungen 438
Rollwagen, W., Chemische Spektralanalyse 280 [L]
Rosebrough, N. J., siehe Lowry, O. H.
Rosenthaler, L., Nachweis schwefelhaltiger Verbindungen 379
Ross, W. J., und J. C. White, Spektralphotometrische Bestimmung von Bor in Nitratlösungen 144
Rowell, K. M., und D. H. Winter, Bestimmung der Flavanone in Citrus-Bioflavanoiden 154
Rowsome, M., siehe Hoffman, I.
Roy, B. R., siehe Mitra, S. N.
Rozek, A. L., siehe Griffing, M. E.
Runge, F., siehe Fijolka, P.
Rusanov, A. K., siehe Alekseeva, V. M.
Russo-Alesi, F. M., siehe Ferrari, A.
Rutter, L., Rundfiltertechnik in der Papierchromatographie 133

Šabanov, I. M., siehe Gorjaev, M. I.
Sacharnova, I. L., siehe Zilberštein, C. I.
Sachse, H. B., Bestimmung kleiner Abweichungen in der stöchiometrischen Zusammensetzung von Einkristallen von Metalloxyden 437
Sadykov, A. S., siehe Timbekov, E. C.
Ságner, Z., siehe Matrka, M.
Saifer, A., S. Gerstenfeld und A. F. Harris, Photometrische Mikrobestimmung von Aminosäuren in biologischen Flüssigkeiten 238
Saint, H. C. J., Identifizierung von Titan und seinen Legierungen und die Unterscheidung von Zirkoniumlegierungen 390
Sakamoto, S., K. Tanikawa, K. Sakurai und K. Watanabe, Mikrobestimmung von Sauerstoff 371
Sakurai, K., siehe Sakamoto, S.
Salton, M. R. J., Papierchromatographische Trennung und Identifizierung von N-Acetylaminozuckern 313
Sánchez-Pedreno, C., siehe Sierra, F.
Sangal, S. P., und A. K. Dey, Complexometric Determination of Thorium using Sulphodichlorohydroxy Dimethyl Fuchson Dicarboxylic Acid (Trisodium Salt) as an Indicator 415 [Or]
Sant, B. R., siehe Sant, Suseela B.
Sant, Suseela B., und B. R. Sant, Gravimetrische Bestimmung von Zirkonium mit Thioäpfelsäure 213
Sant'Agostino, L., siehe Senise, P.
Sanz Pedrero, P., siehe Portillo, R.
Šapoval, V. I., siehe Skobec, E. M.
Šaršúnová, M., und J. Menkynová, Verteilung der Alkaloide in offiziellen Tinkturen 445

Šaršúnová, M., J. Tölgyessy und J. Majer, Bestimmung von Calcium und Schwefel in Salben, Streupulvern und Einreibungen 439
Sasaki, N., K. Tominaga und M. Aoyagi, Verwendung eines Mikrohitzdrahtdetektors im Mikrogaschromatographen 283
Sassaman, W. A., siehe Dipietro, C.
Sato, H., siehe Hirano, S.
Sauciuc, A., Bestimmung von Chlortetracyclin und Bromtetracyclin in Tetracyclin aus Gäransätzen 305
Saunders, L., siehe Perrin, J.
Savariar, C. P., siehe Majumdar, A. K.
Savić, M., siehe Krleža, F.
Sawicki, E., J. Noe und T. W. Stanley, Nachweis von Dialkyl- und Arylalkylketonen 375
Sazonova, R. N., siehe Gorjaev, M. I.
Scadden, E. M., und N. E. Ballou, siehe National Academy of Sciences, Nuclear Science Series 432 [L]
Ščerbakov, V. G., und Z. K. Stegendo, Bestimmung von Titan, Tantal und Niob neben Wolfram in Gemischen ihrer Carbide 142
Scharf, R., siehe Lassner, E.
Scharrer, K., und G. K. Judel, Spektrochemische Analyse von Makronährstoffen in biologischem Material 149
Scharrer, K., und K. Mengel, Bestimmung von Kalium, Natrium, Calcium, Harn, Milch und Blut 231
Scheffer, F., und F. Ludwieg, Bestimmung radioaktiver Spaltprodukte von Atombomben in Pflanzen 74
Schindler, O., siehe Krauss, M. T.
Schintlmeister, J., siehe Bernhard, F.
Schloss, M. F., Ultramikromethoden im klinischen Laboratorium 453
Schmauch, L. J., und R. A. Dinerstein, Empfindlichkeit von Wärmeleitfähigkeitszellen in der Gaschromatographie 434
Schmidt, H., Eine spezifische colorimetrische Methode zur Bestimmung der Sorbinsäure 173 [Or]
Schoch, T. J., und E. C. Maywald, Nachweis von oxydierten Stärken 226
Schöffmann, E., siehe Neuberger, A.
Schönheimer, R., und W. M. Sperry, Bestimmung von Cholesterin 456
Schöniger, W., Verbrennungsmethode im geschlossenen Kolben 53
Schollenberger, C. J., Bestimmung von Carbonat im Boden 73
Schormüller, J., K. Lehmann und H.-D. Belitz, Auftrennung von Phosphopeptiden aus enzymatischen Caseinhydrolysaten 80
Schriever, K., Photometrische Bestimmung von Phosphat in Harn 234
Schuldiner, S., siehe Neihof, R.
Schulek, E., und K. Burger, Bestimmung der Ungesättigtheit mit Bromchlor 56
Schwartz, E. T., siehe Clayton, M. M.
Schweitzer, G. K., und F. F. Dyer, Extraktion von Silber- und Cadmiumdithizonat 203
Schwenk, U., und H. Hachenberg, Gaschromatographische Bestimmung von Gasen, die mit Metallsalzen Additionsverbindungen liefern 434
Scott, I. A. P., siehe Magee, R. J.
Searcy, R. L. (R.), und L. M. Bergquist, Bestimmung von Cholesterin im Serum 457. — Siehe auch Ware, A. G.
Šebestian, I., siehe Zbořil, V.
Šedivec, V., Bestimmung monomerer Ester der Acryl- und Methacrylsäure in der Atmosphäre 381
Sędzimir, J., A. Gaj und K. Kubisz, Bestimmung von Barium, Calcium und Natrium in Lagermetallen auf Bleibasis 389
Seefield, E. W., und J. W. Robinson, Bestimmung von Schwefel in Mineralölen und organischen Feststoffen 400
Seegmiller, J. E., siehe Liddle, L.
Seehofer, F., siehe Barkemeyer, H.
Seely, G. R., J. P. Oliver und D. M. Ritter, Untersuchung von Gemischen aus Diboran, Trimethylboran und Methyldiboranen 374
Segel, K.-H., Erkennung von Herzglykosiden 155
Seher, A., Papierchromatographische Analyse von Fettsäuren mit photometrischer Detektion 132. — Analyse synthetischer (technischer) Fettsäuren 73. — Einheitliche Untersuchungsmethoden in der Fett- und Wachsindustrie 304
Sękowska, B., siehe Bellen, Z.
Seljanina, O. K., siehe Polukarov, A. N.
Sen, B., Bewegung und Verteilung einer Substanz auf einer gaschromatographischen Säule 125. — Tüpfelnachweis von Palladium 298
Sénès, M., Verwendung eines „Voluderimators" zur Volumenmessung von Gasen 289

Senise, P., und L. Sant'Agostino, Bestimmung von Niob neben Tantal 296
Senkowski, B. (B. Z.), E. G. Wollish und E. G. E. Shafer, Verbrennung von organischen Substanzen 371. — Siehe auch Napoli, J. A.
Sensabaugh, A. J., siehe Robinson jr., W. T.
Sergienko, S. R., I. A. Nožkina und L. S. Maiorov, Trennung hochmolekularer Kohlenwasserstoffe im Erdöl 400
Séris, Vernotte, Klein und Clavé, Apparatur zur Bestimmung von Verunreinigungen in Gasen 382
Servais, A., siehe Fripiat, J. J.
Shafer, E. G. E., siehe Senkowski, B.
Shanahan, C. E. A., und R. H. Jenkins, Bestimmung von Kohlenstoff und Schwefel im Stahl 66
Sharp, R. F., J. S. Elliot und L. Lewis, Carbonatbestimmung in biologischen Metallcarbonaten 234
Shaw, D. M., O. C. Wickremasinghe und J. N. Weber, Bestimmung von Lithium, Natrium, Kalium und Rubidium in Gesteinen und Mineralien 393
Shell, J. W., N. F. Witt und C. F. Poe, Physikalische und optisch-kristallographische Eigenschaften von Antihistaminen 152
Shen, Chao-Hen, siehe Chen, Li-Chun
Shen, Han-Si, siehe Alimarin, I. P.
Shiio, H., siehe Kodama, K.
Shivaram, K. N., siehe Müting, D.
Shorland, F. B., siehe Hawke, J. C.
Sieper, H., siehe Korte, F.
Sierra, F., und C. Sánchez-Pedreno, Murexid als Indicator 288
Silvestri, U., Spektrographische Untersuchungen zur Bestimmung von Spurenelementen in Blut, Blutserum und Erythrocyten gesunder und verbrennungsgeschädigter Individuen 454
Simon, W., und G. H. Lyssy, Strömungsmesser für kleine Gasgeschwindigkeiten bei Verbrennungsapparaten der Mikroelementaranalyse 53
Simonyi, I., und G. Tokár, Bestimmung von Salzen organischer Säuren in Eisessig 54
Simova-Filippova, L., siehe Budevskij, O. B.
Singh, E. J., und A. K. Dey, Chromatographic Study of Anionic Complexes. Part VI. Separation of some Ions in the Presence of Citrate, using Ethanol as Solvent 356 [Or]
Šingliar, M., A. Bobák und J. Brida, Gaschromatographische Trennung von chlorierten Propan-Propenen 149
Sîrbu, I., siehe Bebeşel, P.
Sivadjian, M. J., Nachweis und Bestimmung kleiner Wassermengen 287
Sjöquist, J., Bestimmung von Hexosaminen als Phenylthiocarbamylderivate 314
Sjoerdsma, A., und A. Hanson, Bestimmung der ε-Aminocapronsäure im Urin 311
Skobec, E. M., und V. I. Šapoval, Schema der oscillopolarographischen Arbeit mit amalgamierter Silberelektrode 435
Skoczowski, S., siehe Heuschkel, G.
Skolik, J., Eluiergerät für die Papierchromatographie 126
Sládeček, J., Anwendung der katalytischen Verbrennung als Detektionsmethode in der Gaschromatographie 125
Šmakova, N. V., siehe Sočevanov, V. G.
Smit, W. M., und M. D. Wijnen, Rechteckwellenelektrolyse 46. — Siehe auch Wijnen, M. D.
Smith, D. M., siehe Bowersox, D. F.
Smith, G. F., und H. Diehl, Aufschluß von stark fetthaltigem, organischem Material 231
Smith, G. W., siehe Griffing, M. E.
Sočevanov, V. G., N. V. Šmakova und G. A. Volkova, Einfluß einiger Ionen auf die Fällung von Uranylcyanoferrat(II) aus wäßrigen Lösungen 210
Sogami, M., Turbidimetrische Analyse von Serumalbumin 311
Sokol, L., Präparative Gaschromatographie 125
Soley, M. H., siehe Barker, S. E.
Solomon, E., siehe Chia-Chen Chu Kang
Solymosi, F., und I. Csik, Osmiumtetroxyd als Katalysator bei Oxydationsreaktionen 288
Sotnikova, N. P., siehe Bondarenko, L. S.
de Sousa, A., Bestimmung von Chlorat und Perchlorat nebeneinander 220
Sovová, A., siehe Štefl, M.
Soyenkoff, B. C., Bestimmung von Phosphor in Nucleinsäuren 319
Spacu, P., und E. Antonescu, Gravimetrische Mikrobestimmung von Flaxedil 159
Spacu, P., E. Antonescu und I. Albescu, Chrombestimmung in den in der Gerberei verwendeten wäßrigen Lösungen 151

Spassov, S., siehe Rankoff, G.
Sperry, W. M., siehe Schönheimer, R.
Špinková, V., und J. Zýka, Photometrische und UV-spektrophotometrische Bestimmung von N,N'-(Bismethylchinolyl-methylsulfat-6)-harnstoff 441
Stabrovskij, A. I., Polarographie von Uranverbindungen in Carbonat- und Hydrogencarbonatlösungen 210
Stănescu, G., siehe Lupu, C.
Stanley, T. W., siehe Sawicki, E.
Staples, D. A., siehe Long, C.
Stárka, L., und M. Prusíková, M., Papierchromatographie von Steroiden 459
Steele, T. W., Anordnung zur Abtrennung von Lösungsmitteln, die leichter sind als Wasser 289. — Bestimmung von Uran in hochgradigen Erzen 70
Štefan, V., Bestimmung des Sensibilators Thiosulfat in photographischer Gelatine 307
Štefl, M., J. Tulach und A. Sovová, Intensität der Aminosäurefärbung auf Papierchromatogrammen mit nichtreduziertem Ninhydrin 77
Stegendo, Z. K., siehe Ščerbakov, V. G.
Steinberg, E. P., siehe National Academy of Sciences, Nuclear Science Series 432 [L]
Štejnberg, V. M., siehe Štutman, M. N.
Stepanov, A. V., siehe Švedov, V. P.
Sterligov, O. D., siehe Žuchovickij, A. A.
Stewart, J. J., siehe Mikhail, S. Z.
Steyermark, A., R. R. Kaup, D. A. Petras und E. A. Bass, Mikrobestimmung von Fluor in organischen Verbindungen 371
Stövesand, G., siehe Gundlach, H.
Stoilov, L., siehe Rankoff, G.
Strel'nikova, N. P., und G. G. Lyscova, Bestimmung von Bunt- und Platinmetallen nach vorangegangener Trennung von Tellur 299
Strelow, F. W. E., Trennung des Cadmiums von anderen Kationen 205
Strem, M., siehe Arnett, E. M.
Strickland, R. D., P. A. Mack, T. R. Podleski und W. A. Childs, Messung der UV-Spektren von Serumproteinen 80
Štutman, M. N., V. P. Avdeenko, E. V. Zvereva, V. M. Štejnberg und T. A. Eremeeva, Anwendung einer Impulsquelle zur Analyse von Schlacken und Agglomeraten 142
Švedov, V. P., Ten Ten und A. V. Stepanov, Trennung einiger Radionuklide durch fokussierenden Ionenaustausch 47
Swaminathan, M., siehe Venkatrao, S.
Swartz, H. A., und J. E. Christian, Bestimmung von Salicylsäure 379
Świętosławska, J., siehe Ciecierska-Stokłosa, D.
Swift, E. H., und F. C. Anson, Reaktionen einiger Metalle mit Thioacetamid 127. — Siehe auch Bowersox, D. F.
Subbaraman, P. R., K. S. Rajan und J. Gupta, Trennung der leichten Seltenen Erden durch Ionenaustausch 208
Subbarow, Y., siehe Fiske, C.
Subrahmanyan, V., siehe Venkatrao, S.
Sullivan, W., siehe Chleck, D. J.
Sulser, H., Ausmessung von Radialpapierchromatogrammen ungesättigter Fettsäuren mit dem Mikrophotometer 133
Šumskaja, A. I., siehe Usatenko, Ju. I.
Sunderman, D. N., und C. W. Townley, siehe National Academy of Sciences, Nuclear Science Series 432 [L]
Synek, L., siehe Večeřa, M.
Szántó, F., siehe Buzágh, A.
Szekeres, L., Eine Schnellmethode zur Bestimmung der Sulfid-, Polysulfid- und Thiosulfationen nebeneinander 81 [Or]
Szychliński, J., siehe Kwiatkowski, E.

Taimni, I. K., und M. Lal, Abtrennung von Jodid aus Lösungen 298
Taimni, I. K., und S. N. Tandon, Trennung von Thorium oder Titan von Elementen, die Thiosalze bilden 362. — Untersuchung und Fällung der Sulfide von Arsen, Quecksilber, Rhenium, Antimon und Molybdän 296
Takahashi, T., und S. Miyake, Spektrophotometrische Bestimmung von Thorium mit Neothron 209
Takamoto, S., Nachweis von Natrium in Anwesenheit von Schwermetallen 360
Takauchi, K., siehe Toyama, I.
Tamaki, Y., siehe Kori, S.
Tamiya, N., Bestimmung von Deuterium 359
Tananajev, N. A., Phasenanalyse 437
Tandon, S. N., siehe Taimni, I. K.
Tanikawa, K., siehe Sakamoto, S.
Tappel, A. L., Autoxydation von Ammoniumlinolat 131

Tarassuk, N. P., siehe Yaguchi, M.
Tattrie, N. H., siehe McInnes, A. G.
Taylor, J. G. V., siehe Merritt, J. S.
Teichert, K., E. Mutschler und H. Rochelmeyer, Chromatographische Analyse an neutralen und gepufferten Platten aus Kieselgel oder an imprägnierter sowie nichtimprägnierter Cellulose 49. — Plattenchromatographische Trennung von Alkaloiden 444
Teijgeler, C. A., Bestimmung von Morphin in Opium 449
Teitelbaum, B. Ja., siehe Dianov, M. P.
Telfer, A., siehe Forbes, J. W.
Ten Ten, siehe Švedov, V. P.
Terpiłowski, J., siehe Bilińska, U.
Terres, E., und F. A. Bull, Rundfilterchromatographie als Ergänzungsmittel zur Destillation bei der Zerlegung von Phenolfraktionen eines Braunkohlenschwelteeres 72
Tertipis, G. G., und F. E. Beamish, Trennung von Rhodium und Iridium 367
Tesařík, K., siehe Krejčí, M.
Tewari, K. K., und P. S. Krishnan, Bestimmung von Monophosphat neben kondensierten Phosphaten 216
Thevenet, M., siehe Henry, R.
Thibert, R. J., und R. M. Ottenbrite, Polarographische Analyse von α-Methyl-D,L-Cystin 78
Thiel, H., Bestimmung des spezifischen Gewichts von Emulsionslikören 225
Thinius, K., Anleitung zur Analyse der Lösungsmittel 432 [L]
Thompson, T. G., siehe Barkley, R. A.
Tillu, M. M., siehe Athavale, V. T.
Timbekov, E. C., R. Š. Jamatova und A. S. Sadykov, Bestimmung von Raddeanin, Raddeamin und Alvanin 451
Titelbaum, C., siehe Elving, J.
Tölgyessy, J., siehe Šaršúnová, M.
Tokár, G., siehe Simonyi, I.
Tomáška, J., siehe Mandák, M.
Tominaga, K., siehe Sasaki, N.
Torres, J. F., Bestimmung der freien Glucose im Blut 314
Tóth, P., E. Kugler und E. Kováts, Präzisions-Gaschromatograph 124
Townley, C. W., siehe Sunderman, D. N.
Toyama, I., und K. Takauchi, Flammenphotometrische Natriumbestimmung in Kaliumdichromat 141
Trent, F. M., siehe Darling, D. J.
Tritsch, H. R., siehe Karmen, A.
Trnovec, T., siehe Zbořil, V.
Tsujimoto, M., Analyse von Fettsäuren 132
Tsuk, L., und Gy. Zöllner, Bestimmung von Cumolhydroperoxyd 378
Tulach, J., siehe Štefl, M.
Turkeltaub, N. M., siehe Žuchovickij, A. A.
Turnbull, J. H., siehe Lee, W.
Tuschhoff, J. V., siehe Bandelin, F. J.
Tyler, C., Bestimmung von Acetylcholin am isolierten M. semispinalis cervicis von Küken 310

Udenfriend, S., und J. R. Cooper, Decarboxylase-Methode zum Nachweis von Phenylalanin 77. — Siehe auch Brodie, B. B. sowie Chirigos, M. A.
Ueda, Y., siehe Momose, T.
Umeda, M., Bestimmung von Molybdaten 219
Umezaki, Y., Bestimmung von Nebenbestandteilen in Pyrrhotin 144
Umland, F., und F. G. Weyer, Simultanbestimmung von Eisen und Kupfer im Serum 237
Untersuchungsausschuß für ätherische Öle des Ausschusses für analytische Methoden, Bestimmung von Citronellol in Mischung mit Geraniol 375
Unterzaucher, J., Mikrobestimmung von Sauerstoff 371
Usami, S., Polarographische Bestimmung von in Vinylacetat gelöstem Sauerstoff 149
Usatenko, Ju. I., und A. I. Šumskaja, Amperometrische Titration von Silber und Quecksilber mit Thioharnstofflösung 385

Vachek, J., Bestimmung von 6-Mercaptopurin 381
Vaidya, G. M., siehe Athavale, V. T.
Valverde, E., Photometrische Schnellmethode zur Bestimmung der „scheinbaren" Blutglucose 239
Van Ven'-Jun', siehe Gel'man, N. E.
Vancea, M., und M. Voluşniuc, Titration von Blei mit Phosphat in acetatgepufferter Lösung 213. — Volumetrische Bestimmung von Arsenat 216. — Bestimmung von Wismut als Oxalat 217. — Volumetrische Bestimmung von Wismut als Phosphat, Arsenat oder Oxalat 217
Vancompernolle, G., siehe Fripiat, J. J.
Vancsó-Szmercsányi, I., siehe Maros-Gréger, K.

VANOVERBERGHE, L., siehe MEVEL, N.
VARŠAVSKAJA, E. S., siehe JAŠČENKO, M. L.
VEALE, C. R., Bestimmung von Spuren Selen in Tellur 65. — Trennung und Bestimmung kleiner Mengen von vier- und sechswertigem Selen in Tellursäure 72
VEČEŘA, M., und L. SYNEK, Mikrobestimmung von Stickstoff in organischen Verbindungen 370
VEENHUIZEN, E. L., R. E. ERB und J. GORSKI, Bestimmung von freiem Oestron, 17β-Oestradiol und 17-Oestradiol im Rind 461
VENKATESWARLU, C., siehe ATHAVALE, V. T.
VENKATESWARLU, V., siehe RAO, CH. BHEEMASANKARA
VENKATRAO, S., K. KRISHNAMURTHY, M. SWAMINATHAN und V. SUBRAHMANYAN, Bestimmung von Harnsäure in befallenem Weizenmehl 60
VERNOTTE, siehe SÉRIS
VERNY, E. A., und V. N. EGOROV, Bestimmung von Aluminium in Uran 386
VESCERNYES, L., und GY. POZSGAY, Spektrochemische Analyse der Oberflächenbindefilme von mikrokristallinen Zinksulfidschichten 396
VIGH, K., siehe ERDEY, L.
VILKAS, M., und N. A. ABRAHAM, Gaschromatographische Abtrennung von β-Pinen 380
VINCENT, W. A., Colorimetrische Aminosäurebestimmung 76
VIŠNJAKOV, S. I., Kaliumbestimmung in Blut, Organen, Geweben, Milch, Brot usw. 231
VITEK, R. K., siehe LOTT, P. F.
DE VOE, J., siehe National Academy of Sciences, Nuclear Science Series 432[L]
DEVOE, J. R., C. K. KIM und W. W. MEINKE, Radiochemische Abtrennung durch Amalgamaustausch 48
VOGEL, A. I., Elementary Practical Organic Chemistry. Part III. Quantitative Organic Analysis. 52 [L]
VOGH, T. W., siehe HAWKINS, J. E.
VOICU, V., siehe DEMA, I.
VOLF, L. A., Bestimmung von Calcium und Magnesium 293
VOLKOVA, G. A., siehe SOČEVANOV, V. G.
VOLUȘNIUC, M., siehe VANCEA, M.
VYDRA, F., und R. PŘIBIL, Löslichkeit des Eisen(II)-phenanthrolinjodid-Komplexes in organischen Lösungsmitteln 221
WACHSMUTH, H., und L. VAN KOECKHOVEN, Bestimmung von Ergotamin 450. — Bestimmung von Pilocarpinhydrochlorid 450. — Bestimmung von Aconitin, Anaesthesin, Cocain, Novocain, Pantocain, Heroin, Penicillin und Santonin 451
WÄNNINEN, E., und A. RINGBOM, Komplexometrische Bestimmung von Aluminium 361
WAGNER, C. D., siehe GUINN, V. P.
WAGNER, F., Die maßanalytische Bestimmung hoher Siliciumgehalte in Legierungen 34 [Or]
WAGNER, U., siehe HELLER, K.
WAJCHENBERG, B. L., siehe MARTIRANI, I.
WAKAMATSU, S., Bestimmung von Eisen, Aluminium, Mangan, Calcium und Magnesium nebeneinander 222
WALBERG, C., siehe WARE, A. G.
WALĘDZIAK, H., siehe CIECIERSKA-STOKŁOSA, D.
WALNUT, T. H., siehe KLEIN, D. H.
WALTHER, L., siehe WEINMANN, W.
WANG, CHUNG-YEN, siehe CHEN, LI-CHUN
WARBURG, O., und W. CHRISTIAN, Berechnung des Nucleinsäuregehaltes von Viren 318
WARE, A. G., J. A. DEMETRIOU, S. NOTRICA, R. SEARCY, C. WALBERG und F. COX, Beseitigung störender Chromogene bei der Zimmermann-Reaktion zur Bestimmung von 17-Ketosteroiden 460
WATANABE, K., siehe MOMOSE, T., sowie SAKAMOTO, S.
WATANABE, T., siehe NAGASAWA, K.
WATKINSON, J. H., Carbonatbestimmung in Böden nach SCHOLLENBERGER 73. — Vakuumdestillation zur Bestimmung von Carbonat in Böden 73
WAY, E. L., siehe KAUL, P. N.
WEBER, C. W., Analysator für fluorhaltige Gasgemische 220
WEBER, J. N., siehe SHAW, D. M.
WEIHRAUCH, H., Rundfilterchromatographie 225
WEINMANN, J., siehe WEINMANN, S.
WEINMANN, S., J. WEINMANN, E. E. BAULIEU, P. DESGREZ und M. F. JAYLE, Analyse von Steroiden der Gruppe der Pregnantriole 460
WEINMANN, W., und L. WALTHER, Bestimmung von schwefliger Säure 321
WEINSTEIN, A., Genauigkeit in der Gaschromatographie bei Verwendung von Wärmeleitfähigkeitszellen 283

Weiss, H., siehe Kreyenbuhl, A.
Weller, H., Bestimmung von Cholesterin und der 17-Ketosteroide im klinischen Laboratorium 459
Wender, S. H., siehe Pratt, C.
Wendt, H., siehe Jander, G.
Wesselman, H. J., Gaschromatographische Bestimmung von Äthanol in pharmazeutischen Produkten 440
West, T. S., siehe Belcher, R.
Westland, A. D., und F. E. Beamish, Destillation von Osmium und Ruthenium 394
Weyer, F. G., Erfahrungen mit der Serumeisen- und Serumkupfer-Simultanbestimmung 237. — Siehe auch auch Umland, F.
Whisman, M. L., B. H. Eccleston und F. E. Armstrong, Bestimmung des Tritiumgehaltes organischer Verbindungen besonders von Kohlenwasserstoffen 368
White, D. C., Bestimmung von Sulfat im Wasser durch Titration mit Bleinitrat gegen Dithizon 384
White, J. C., siehe Goldberg, G. sowie Ross, W. J.
White, J. F., siehe Pother, E. C.
Whitney, R. McL., siehe Hansen, P. M. T.
Wiberley, S. E., S. C. Bunce und W. H. Bauer, Lage der C-H-Valenzschwingungen in den IR-Spektren 130
Wickremasinghe, O. C., siehe Shaw, D. M.
Wiegel, E., und H. H. Kirchner, Zur infrarotspektroskopischen Erfassung kleiner Wassergehalte in aliphatischen Alkoholen und Ketonen 241 [Or]
Wijnen, M. D., und W. M. Smit, Cyclisch überlagerte Stromstöße bei der Rechteckwellenelektrolyse 47. — Siehe auch Smit, W. M.
Wilson, C. L., siehe Given, T.
Winefordner, J. D., siehe Malmstadt, H. V.
Winter, D. H., siehe Rowell, K. M.
Winters, J. C., siehe Martin, R. L.
Wiseman, W. A., Gaschromatographische Trennung von m- und p-Xylol 136
Witkowski, S., siehe Filipowicz, B.
Witt, N. F., siehe Shell, J. W.
Wodsak, W., Nachweis der Antibiotica in Milch 228
Wollish, E. G., siehe Senkowski, B.
Wolny, J., siehe Heuschkel, G.
Wright, W. W., Bestimmung von Antibiotica in Futtermitteln 400
Wurst, M., siehe Franc, J.
Yaguchi, M., W. G. Jennings und N. P. Tarassuk, Fraktionierung der Milchproteine durch Anionenaustauscher auf Cellulosebasis 227
Yamada, K., siehe Hirano, S.
Yamagishi, T., siehe Oda, N.
Yanagihara, R., N. Matano und A. Kawase, Bestimmung von Eisen(II) 365
Yarbro, C. L., und R. L. Golby, Bestimmung von Calcium mit ÄGTA 232. — Siehe auch McAllister jr., H. C.
Yasuda, S. K., siehe Rogers, R. N.
Yasumori, Y., und T. Nishimura, Bestimmung von Blei in Schwefelsäure 144
Yokota, T., siehe Kakemi, K.
Yoshida, F., siehe Kitazawa, T.

Zaidel, A. N., N. I. Kaliteevskij, G. G. Kund und Z. G. Fratkin, Bestimmung von Aluminium in Uran 386
Zak, B., siehe Zlatkis, A.
Zapata, C., siehe Kaufmann, S.
Zapp, E. E., siehe Pungor, E.
Zaslavskaja, L. V., und N. M. Popova, Carbidanalyse an Mikrozonen von Bruchstellen von Molybdänstählen 141
Zathurecký, L., siehe Mandák, M.
Zbořil, V., I. Šebestian, T. Trnovec und K. Ďurček, Bestimmung von Radiostrontium im Harn 233
Zeigler, C. A., siehe Chleck, D. J.
Zelenevskaja, S. I., siehe Garber, Ju. N.
Zetkin, V. I., siehe Bardenštejn, S. B.
Žigač, A. F., E. B. Kazakova und R. A. Kigel, Bestimmung von Pentaboran 68
Zilberštejn, C. I., M. M. Pirjutko, T. P. Evtušenko, I. L. Sacharnova und O. N. Nikitina, Spektralanalyse von Silicium hoher Reinheit 388
Zinn, J., siehe Rogers, R. N.
Zlatkis, A., B. Zak und A. Boyle, Bestimmung von Cholesterin 456
Zöllner, Gy., siehe Tsuk, L.
Žolondkovskaja, T. N., siehe Busev, A. I.
Žuchovickij, A. A., B. A. Kazanskij, A. I. Karimova, P. S. Pavlova, O. D. Sterligov und N. M. Turkeltaub, Chromatographische Analyse von C_5-Kohlenwasserstoffgemischen 147
Zvereva, E. V., siehe Štutman, M. N.
Zwierzykowski, W., siehe Niewiadomski, H.
Zýka, J., siehe Špinková, V.

Sachverzeichnis

(Die Salze sind bei den betreffenden Metallen zu suchen.
Die mit [L] bezeichneten Stellen sind Literaturbesprechungen)

Absorptionsgefäße, Wirksamkeit bei der Bestimmung von Verunreinigungen in der Luft 381
Abwasser, Bestimmung von Silber 383; kleiner Mengen anionaktiver Saponate 306; von Cyaniden bei Vergiftungsfällen von Flußfischen 234. — Siehe auch Wasser
Acacia berlandieri, Bestimmung des Alkaloids 451
Acaprin Bayer, photometrische und UV-spektrophotometrische Bestimmung 441
Acetaldehyd, Bestimmung 284
Acetat, Einfluß auf die Thoriumbestimmung 418
Aceton, Bestimmung 284; Analyse in ternären Lösungsmittelgemischen 286; Bestimmung von Wasser 251
N-Acetylaminozucker, papierchromatographische Trennung 313
Acetylcholin, Bestimmung an Muskeln 310
N-Acetyl-D-glucosaminyl-isonicotinsäurehydrazid, Bestimmung 158
3-Acetylhexanon-2, zur Bestimmung kleiner Mengen Beryllium 203
Achillea millefolium L., Bestimmung von Azulen-Bildnern 157
Acidität, der Oberfläche von Silicaten und Alumosilicaten 71
Aconitin, Bestimmung 451
Acriflavin, Bestimmung 443, 444
Acrylnitril-Äthanol-Wasser, Untersuchung des Gemisches 52
Acrylsäure, Bestimmung der monomeren Ester in der Luft 381
Actinide, schnelle elektrolytische Abscheidung bei Tracerkonzentrationen 208
Actinium, Abtrennung aus Gemischen 208
Adenin, Schnellbestimmung kleiner Mengen auf Papierchromatogrammen 380
Adeninpolyphosphate, Bestimmung im Krötenmuskel 463
Adrenalin, Bestimmung in Nebennierengewebe 315
Adsorptionschromatographie, Einfluß von einigen Faktoren auf die Länge der Farbzone eines Ions bei der Adsorptionschromatographie an Aluminiumoxyd 433
ÄDTA, zur Bleibestimmung 213
ÄDTA-Titrationen, Äquivalenzpunkt 285; Verwendung von Xylenolorange 127
ÄGTA, zur Bestimmung von Mangan 298; von Eisen(III) 298
Äthanol, Bestimmung 284; durch azeotrope Destillation 440; Analyse in ternären Lösungsmittelgemischen 286; Bestimmung in pharmazeutischen Produkten 440; Bestimmung von Wasser 243
Äthanol-Acrylnitril-Wasser, Untersuchung des Gemisches 52
Äthanol-Äthylencyanid-Wasser, Untersuchung des Gemisches 52
Äther, Bestimmung von Brom 48
Äthinyloestradiol, Bestimmung in Tabletten 461
Äthylacetat, Bestimmung 284
Äthylallyl-barbiturat, R_f-Wert 441
Äthyl-n-butyl-barbiturat, R_f-Wert 441
Äthylcrotyl-brabiturat, R_f-Wert 441
Äthyl-cyclohexenyl-barbiturat, R_f-Wert 441
Äthylen, Bestimmung 284
Äthylencyanid-Äthanol-Wasser, Untersuchung des Gemisches 52
N,N′-Äthylendianthranilsäure, zur Bestimmung von Aluminium 206
Äthylenglykol-bis-(aminoäthyläther)-N,N′-tetraessigsäure, zur Bestimmung von Calcium in Blutserum 232
Äthylenoxyd, Bestimmung in der Luft 381
Äthylhexanole, Trennung 374
Äthylisoamyl-barbiturat, R_f-Wert 441
Äther-4-methylbenzhydrylo-β-dimethylamin, Bestimmung 160
Äthyl-1-methylbutyl-barbiturat, R_f-Wert 441
Äthyl-1-methylbutyl-thio-barbiturat, R_f-Wert 441
Äthylphenol, Abtrennung 379
Äthylphenyl-barbiturat, R_f-Wert 441
Äthylpiperidyl-barbiturat, R_f-Wert 441
Äthylpropionat, Bestimmung 284
Äthylquecksilberverbindungen, Bestimmung in der Luft 136
Agglomerate, Analyse 142
Albumin, Bestimmung im klinischen Laboratorium 453; Analyse im Serum 311

Aldehyde, Lage der C-H-Valenzschwingungen 130; halbquantitative Bestimmung 374
Alizarin, Nachweis 427
Alizarin S, bei der Scandiumbestimmung 293
Alizarinblau, Nachweis 427
Alizarinsaphirol, Nachweis 427
Alizurol blauschwarz, Nachweis 427
Alkali, Bestimmung in Aluminiumoxyd 142
Alkalicyanide, zum Nachweis von Schwefelpulver 52
Alkalimetalle, Trennung 290
Alkaloide, Reaktion mit Wismutnitrat in Gegenwart von Kaliumjodid 443; mit Tetraphenyloborat 444; plattenchromatographische Trennung 444; Verteilung aus offizinellen Tinkturen 445
Alkohole, Trennung langkettiger aliphatischer Alkohole 130; der gesättigten C_3-Alkohole durch Gaschromatographie 374; Erfassung kleiner Wassermengen 241
Alkylamine, Lage der C-H-Valenzschwingungen 130
Alkyl-arylketone, Nachweis in Gemischen mit Dialkylketonen 375
Alkylester, Nachweis von Alkylestern anorganischer Säuren 375
Allopregnan3β-ol-20-on, R_f-Wert 460
Allylchlorid, Bestimmung von Propan-Propenen in Zwischenprodukten der Herstellung 149
Allyl-cyclohexenyl-thio-barbiturat, R_f-Wert 441
Allyl-cyclopentenyl-barbiturat, R_f-Wert 441
Allyl-2′-methylpropyl-thio-barbiturat, R_f-Wert 441
Allylurethane, bei der Trennung langkettiger aliphatischer Alkohole 130
Aluminium, Farbreaktion 275; Bestimmung 285; durch Hochfrequenztitration 206; als Oxinat 50; mit Embelin 277; mit Aluminon 287; komplexometrische Bestimmung 361; gravimetrische und volumetrische Bestimmung mit N,N′-Äthylendianthranilsäure 206; papierchromatographische Abtrennung 206; Bestimmung neben anderen Metallen 222; Abtrennung der Erdalkalien und Magnesium in Gegenwart von Phosphat 293; von Cadmium 205; von Gallium 295; Bestimmung kleiner Mengen in Lithiummetall oder Lithiumhydrid 384; in Bronzen und Messing 64; in Uran 386; in Silicium 388; in Zirkonium 391; in Zirkoniumoxid 398; in frischen Crack-Katalysatoren 48; in Reformkatalysatoren 48; im Stahl 392; in Nickel 367; in Pyrrhotin 144; in Pflanzen 150; in biologischen Flüssigkeiten 454; Einfluß auf die Thoriumbestimmung 418; auf die Vanadiumbestimmung 349; auf die Nickelbestimmung 26; Bestimmung von Kupfer 139
Aluminiumoxid, Einfluß von einigen Faktoren auf die Länge der Farbzone bei der Adsorptionschromatographie an Aluminiumoxid 433; Bestimmung in Hochofenschlacke 302; Bestimmung von Alkali 142
Aluminonlösungen, Verbesserung der Haltbarkeit 287
Alumosilicate, Acidität der Oberfläche 71
Alvanin, Bestimmung 451
Amalgamaustausch, zur radiochemischen Abtrennung 48
Ameisensäure, Bestimmung 284
Amine, Lage der C-H-Valenzschwingungen 130; chromatographische Untersuchung 49
ε-Aminocapronsäure, Bestimmung im Urin 311
p-Amino-α-chloracetophenon, Nachweis 374
4-Amino-4′-methoxy-diphenylaminsulfat, Redoxindicator 51
Aminosäuren, Intensität der Färbung mit nichtreduziertem Ninhydrin 77; Charakterisierung mit Hilfe ihrer Dibenzofuran-2-sulfonate 237; colorimetrische Bestimmung 76; chromatographische Untersuchung 49; Trennung von Zuckern 310; Nachweis in Branntweinessig und Essigbakterien 59; Bestimmung in Essigen 225; Bestimmung freier Aminosäuren in tierischen Geweben 77; in biologischen Flüssigkeiten 238; im Liquor cerebrospinalis gesunder Menschen 238
Aminoverbindungen, Einfluß auf die Katalysatorwirkung von Osmiumtetroxyd 288
Ammi majus L., Bestimmung und Identifizierung von Xanthotoxin, Imperatorin und Bergapten 157
Ammoniak, argentometrische Bestimmung mit Variaminblau als Indicator 215; Bestimmung im klinischen Laboratorium 453; Einfluß auf die Katalysatorwirkung von Osmiumtetroxyd 288

Ammonium, Abtrennung von Cadmium 205; Einfluß auf die Thoriumbestimmung 418
Ammoniumchlorid, zum Nachweis von Hexamin durch Sinterung 421
Ammoniumion, argentometrische Bestimmung 215
Ammoniumjodid, polarographische Untersuchung von Kupfer- und Zinnsalzen in ammoniakhaltigem Ammoniumjodid 48
Ammoniumlinolat, Isolierung und Identifizierung der Oxydationsprodukte 131
Ammoniumvanadatlösung, zur Titration von Uran 209
Ammonopentacyanoferrat, Bestimmung 221
Amphetamin, Bestimmung 160
Amylase, Nachweis 320; Bestimmung mit Hilfe einer Stärkelösung, die mit Sorbinsäure stabilisiert ist 320; Bestimmung in biologischem Material 320
Amylformiat, Bestimmung 284
Anaesthesin, Bestimmung 451
Analyse, automatische Analyse in der nuklearen Technik 286; systematische qualitative Analyse von Gemischen fester anorganischer Substanzen 436; Entwicklung der Düngemittelanalyse 302; Verwendung mikrobiologischer Methoden 438; Potentiostat für elektrogravimetrische Analysen 46
Analyse der Fette und Fettprodukte einschließlich der Wachse, Harze und verwandter Stoffe (Kaufmann) 281[L]
Anilin, Analyse auf aktiven Wasserstoff 373
Anionaktive Saponate, Bestimmung kleiner Mengen 306
Anionenaustauscher, Adsorption von Elementen 284; Fraktionierung von Milchproteinen an Austauschern auf Cellulosebasis 227
Anionkomplexe, chromatographische Studie 356
Anleitung zur Analyse der Lösungsmittel (Thinius) 432 [L]
Anorganische Verbindungen, Apparat zur Aufnahme von Pyrolysekurven 438
Anthracen, exakte Bestimmung 57
Anthrachinon, Nachweis durch Reduktion 425
Anthrachinonderivate, Nachweis 426; Nachweis durch Reduktion 425
Anthrachinonsulfonsäure, zur Bestimmung von Sauerstoff in Gasen 382
Anthrahydrochinon, beim Nachweis von Anthrachinon 425
Anthranilsäure, zur Kupferbestimmung 292; Reagens auf Ruthenium 401
Antibiotica, Nachweis in Milch 228; Bestimmung in Futtermitteln 400
Antihistamine, physikalische und optisch-kristallographische Eigenschaften 152
Antimon, Farbreaktion 275; Titration mit Bromat oder Permanganat 127; Abtrennung als Sulfid 296; Abtrennung von Thorium 362; von Titan 362; Bestimmung in Zirkonium 391; in Zirkoniumoxid 398; im Elektrodenschlamm der Kupferelektrolyse 69; Einfluß auf die Thoriumbestimmung 418
Antimonat, zum Natriumnachweis 360
Antipyrin, Bestimmung 443, 444
Anulus fibrosus, Abtrennung von Bestandteilen 455
Apfel, Bestimmung von Arsen 61; von Rückständen arsenhaltiger Pflanzenschutzmittel 60
Apfelsaft, Sorbinsäuregehalt 182
Apfelsinenmark, Sorbinsäuregehalt 182
Apomorphin, Bestimmung 449
Aquopentacyanoferrat, Bestimmung 221
Arabinose, Bestimmung 86
Arachinsäure, Bestimmung im Samenöl 76
Argon, Hochfrequenzluminescenzspektrum 46
Arsen, Abtrennung als Sulfid 296; Abtrennung von Thorium 362; Bestimmung in Silicium 139; in Stahl und Eisen 141; in Erzen 301; im Elektrodenschlamm der Kupferelektrolyse 69; in vergifteten Schwefelsäurekatalysatoren 48; in organischen Substanzen 48; Mikrobestimmung in biologischem Material 61; Einfluß auf die Thoriumbestimmung 418; auf die Fluorbestimmung 372
Arsen(III), zur Bestimmung von Hydroperoxyden 148
Arsenat, zur Bestimmung von Wismut 217; volumetrische Bestimmung 216; Abtrennung von Jodid aus Arsenatlösungen 298; Abtrennung von Rhenium 298
Aryl-alkylketone, Nachweis in Gemischen mit Dialkylketonen 375
Arylester, Nachweis von Arylestern anorganischer Säuren 375
Ascorbinsäure, Vergleich verschiedener Bestimmungsmethoden 229; Bestimmung 51; Bestimmung von Oxytetracyclin neben Ascorbinsäure 452

l-Ascorbinsäure, Bestimmung im Wein 330
Aspartase, Nachweis 320
Aspergillus niger, Nachweis von Enzymen 320
Atmosphäre, Bestimmung der monomeren Ester von Acryl- und Methacrylsäure 381
Atombomben, Bestimmung der Spaltprodukte in Pflanzen 74
Atropin, Bestimmung 443, 444
Auspuffgase, Bestimmung von Blei und Tetraäthylblei 137
Austauschstromdichten, bei der Rechteckwellenelektrolyse 46, 47
Azeotrope Destillation, zur Bestimmung von Äthanol 440
Azo-Geranin, papierchromatographische Abtrennung 126
Azoverbindungen, Bestimmung 215
Azulenbildner, Bestimmung in der Schafgarbe 157

Bacitracin-methylendisalicylat, Bestimmung in Futtermitteln 400
Bacterium subtilis, Nachweis von Enzymen 320
Barbiturate, papierchromatographische Bestimmung 441
Barium, komplexometrische Bestimmung 204; Abtrennung von Cadmium 205; von Blei 360; Bestimmung in Zirkonium 391; in Lagermetallen 389; Bestimmung in Erdalkalioxidkathoden 71; in biologischen Flüssigkeiten 454; Einfluß auf die Thoriumbestimmung 418; auf die Vanadiumbestimmung 349; auf die Nickelbestimmung 26
Barium-140, Abtrennung 286
Bariumhypochloritlösung, zur Bestimmung von Harnstoff 133
Bariumpolysulfide, Bestimmung von Polysulfidschwefel 151
Basen, Titration in nichtwäßrigen Lösungsmitteln 54; Reaktion stickstoffhaltiger Basen mit Tetraphenylborat 444
Baumwollsaatöl, Bestimmung von Fettsäuren 375
Baumwollsamen, Identifizierung von Rutin und Isoquercitrin 305
Baumwollsamenöl, Bestimmung des Neutralölgehaltes 304
Baumwollsamenphosphatide, Trennung 454
Beckman-DU-Spektralphotometer, Zusatzgerät Modell D 289
Behensäure, Bestimmung im Samenöl 76
Belladonnaalkaloide, plattenchromatographische Trennung 445; Bestimmung in Blattpulver 160
Benzhydroxamsäure, zur Bestimmung von Vanadium und Eisen 433
Benzin, Bestimmung von Phosphor 147; Gruppenanalyse der Kohlenwasserstoffe 148
Benzoesäure, Analyse auf aktiven Wasserstoff 373
Benzol, Bestimmung 284; in Rohölen 399; Analyse 368; gaschromatographische Analyse 135
Benzoylperoxyd, Nachweis durch Pyrooxydation von Hexamin 422
N-Benzoylphenylhydroxylamin, als Fällungsmittel für Scandium 294
Bergapten, Bestimmung 157
Beryllium, Farbreaktion 275; Adsorption an einem Anionenaustauscher 284; gravimetrische Bestimmung geringer Mengen 203; Bestimmung als Chinaldat 50; mit Embelin 277; Bestimmung in Silicium 388; in Zirkoniumoxid 398; Einfluß auf die Thoriumbestimmung 418; Bestimmung von Sauerstoff in metallischem Beryllium 64
Berylliumfluorid, Bestimmung von Sauerstoff 302
Betriebsgaschromatograph, Anwendung eines periodisch arbeitenden Betriebsgaschromatographen 282
Bilirubin, Bestimmung im klinischen Laboratorium 453
Binäre Gemische, spektralphotometrische Untersuchung 432
Biochemie, radioaktive Isotope in der Biochemie (Broda) 230 [L]
Biologische Flüssigkeiten, Bestimmung von Fluorid 234; von Aminosäuren 238; von Apomorphin 449
Biologische Gewebe, Bestimmung von Salicylsäure 316
Biologisches Material, Bestimmung von Makronährstoffen 149; von Arsen 61; von Radioschwefel 308; von Mangan 236; der Organo-Quecksilber-Antiseptica 233; von Amylase 320
Biologische Substrate, Bestimmung von Carnitin 454
Biscyclohexanonoxalyldihydrazon, zur Bestimmung von Kupfer 139
N,N′-Bis(3-dimethylaminopropyl)-dithio-oxamid, zur Bestimmung von Rhodium 367; von Palladium 367
N,N′-(Bis-methylchinolyl-methylsulfat-6)-harnstoff, photometrische und

UV-spektrophotometrische Bestimmung 441
Biuret-Reagens, zur Bestimmung von Fibrinogen 312
Blattpulver, Bestimmung der Belladonna-Alkaloide 160
Bleche, Bestimmung von Einschlüssen in Transformatorenblechen 67
Blei, Farbreaktion 275; Bestimmung 285; Titration mit markiertem Silbernitrat 436; mit Phosphat in acetatgepufferter Lösung mit Dithizon als Indicator 213; mit ÄDTA 213; Bestimmung als Oxinat 50; als Chinaldat 50; radiochemische Abtrennung durch Amalgamaustausch 48; Abtrennung von Erdalkalimetallen 360; von Zink 49; von Tellur 300; Bestimmung in der Luft 137; in Auspuffgasen 137; in Rohsilber 138; in Elektrolytsilber 138; in Indium und Thallium 138; in Schwefelsäure durch Rechteckwellenpolarographie 144; in biologischen Flüssigkeiten 454; Einfluß auf die Thoriumbestimmung 418; auf die Fällung von Uranylcyanoferrat(II) 210; auf die Vanadiumbestimmung 349; auf die Nickelbestimmung 26; Bestimmung von Kupfer 139; von Wismut neben Blei 364; von Wismut in raffiniertem Blei 65
Blei-212, Trennung von Thorium 295
Bleikonzentrate, Bestimmung von Zink 395
Blei-Kupfer-Kaliumnitrat, zum Kaliumnachweis 292
Bleimolybdat, bei der Fällung von Molybdaten 219
Bleinitrat, zur Bestimmung von Sulfat in Wasser 384
Blut, Bestimmung von Spurenelementen 454; von Kalium 231; von K, Na, Ca, Mg und P 231; von Kohlenstoff-14, Tritium und Schwefel-35 233; von Glucose 314; von Glucose mit automatischem Analysengerät 314; Bestimmung der „scheinbaren" Blutglucose 239; von Heparin 239; Mikrophosphorbestimmung der Nucleinsäuren des Blutes 319; Bestimmung von Cholesterin 456
Blutserum, Bestimmung von Spurenelementen 454; von Calcium 232; von Chlorid 235; der Chylomikronenzahl, der Fettsäureester, des Lipidphosphors und des Cholesterins 309
Boden, Einfluß von Polyvinylalkohol auf die colorimetrische Bestimmung von Magnesium mit Titangelb 395; Bestimmung von Calcium 394; von Carbonat 73; von Carbonat durch Vakuumdestillation 73; von Eisen 145
Bodenproben, Bestimmung von Wasser 287
Bodenzahl, Einfluß vom Verteilungsverhältnis, der Viscosität und Menge der stationären Phase auf die theoretische Bodenzahl gaschromatographischer Säulen 434
Bor, colorimetrische Bestimmung mit Dianthrimid 205; spektralphotometrische Mikrobestimmung mit Methylviolett 206; Bestimmung in Borcarbid, Bornitrid und Borlegierungen 396; in Zirkoniumoxid 398; in Eisen 392; in Düngemitteln 302; in Nitratlösungen 144; in biologischen Flüssigkeiten 454
Borcarbid, Bestimmung von Bor 396
Borlegierungen, Bestimmung von Bor 396
Bornitrid, Bestimmung von Bor 396
Branntweinessig, Nachweis von Aminosäuren 59
Braunkohlenschwelteer, Zerlegung der Phenolfraktion durch Rundfilterchromatographie und Destillation 72
Brechwurzel, elektrophoretische Verteilung der Alkaloide 445
Brom, Bestimmung bei der Elementaranalyse 54; in Äther 48
α-Bromacetophenon, Nachweis 374
Bromat, zur Antimontitration 127
Bromid, Bestimmung 288
Bromtetracyclin, Bestimmung in Tetracyclin 305
Bronzen, Bestimmung von Aluminium 64; von Eisen in Bronze 221
Brot, Bestimmung von Kalium 231
Buchweizen, Bestimmung von Flavanol 155
Buntmetalle, Bestimmung nach Trennung von Tellur 299
n-Butan, Bestimmung 284
2,3-Butandiamin-N,N,N′,N′-tetraessigsäure, Trennung von Isomeren durch fraktionierte Kristallisation 288
n-Butanol, Bestimmung 284; Analyse auf aktiven Wasserstoff 372; Bestimmung von Wasser 245
tert. Butanol, Einfluß organischer Lösungsmittel auf die Bestimmung 374
prim.-n-Butanol-Essigsäure-Wasser, Untersuchung des Gemisches 52
Butanon, Bestimmung von Wasser 251
1-Buten, Abtrennung 373

Butene, Abtrennung 373
Butylacetat, Analyse in ternären Lösungsmittelgemischen 286
sec.-Butyl-2-bromallyl-barbiturat, R_f-Wert 441

Cadmium, Farbreaktion 275; Reaktion mit 2,3-Butandiamin-N,N,N′,N′-tetraessigsäure 288; Bestimmung 285; radiochemische Bestimmung durch Amalgamaustausch 48; gravimetrische Bestimmung 204; Trennung von anderen Kationen 205; Bestimmung in Zirkonium 391; in Zirkoniumoxid 398; in biologischen Flüssigkeiten 454; Einfluß auf die Thoriumbestimmung 418; auf die Vanadiumbestimmung 349; auf die Nickelbestimmung 26
Cadmiumdithizonat, Extraktion 203
Cadmiumsulfat, Katalysator bei der Oxydation von Oxalsäure mit Permanganat 14
Caesium, Abtrennung von Cadmium 205; Bestimmung in Erzen 70
Calcit, chemische Untersuchung durch Ritzen des Kristalls 52
Calcium, Farbreaktion 275; Bestimmung 285, 293; neben anderen Metallen 222; Abtrennung von Cadmium 205; von Blei 360; Bestimmung im Wasser 63; neben Magnesium im Wasser 383; Bestimmung in Silicium 388; in Lagermetallen 389; in Zirkonium 391; in Zirkoniumoxid 398; in Pyrrhotin 144; in Sand, Boden, Kalkstein und Dolomit 394; in Erdalkalioxidkathoden 71; in Strontiumsalzen und Salzen Seltener Erden 438; in Düngemitteln 302; in Pflanzen 150; in pflanzlichem Material 75; in Salben, Streupulvern und Einreibungen 439; im klinischen Laboratorium 453; in biologischen Flüssigkeiten 454; im Blutserum 232; im Harn 233; in Proben von Harn, Milch oder Blut 231; Einfluß auf die Thoriumbestimmung 418; auf die Nickelbestimmung 26
Calcium-45, Abtrennung 286
Calcium-Aluminiumsilicat, Adsorbens zur gaschromatographischen Trennung von H, Ne und He 202
Calciumoxyd, Bestimmung in Hochofenschlacke 302
Calciumsilicium, Bestimmung von Silicium 35, 36
Calciumwolframat, Abtrennung von Molybdän 2
Calcon, Indicator bei der komplexometrischen Bestimmung von Calcium in Blutserum 232
Cannabidiol, Identifizierung 153
Cannabinol, Identifizierung 153
Capillarhämatokrit, Anwendung im klinischen Laboratorium 453
Caprinsäureallylester, Bestimmung 376
ε-Caprolactam, quantitative Bestimmung 76
Caprylsäureallylester, Bestimmung 376
Carbazole, Bestimmung in Erdöl 399
Carbide, Analyse an Bruchstellen von Molybdänstählen 141; Bestimmung von Titan, Tantal und Niob neben Wolfram 142
Carbonat, Bestimmung im Boden 73; durch Vakuumdestillation in Böden 73; in biologischen Metallcarbonaten 234
Carbonate, Analyse der Gase bei der Zersetzung von Mischcarbonaten 284
Carbonatlösungen, bei der Polarographie von Uranverbindungen 210
Carbonsäuren, Lage der C-H-Valenzschwingungen 130
Carbonylverbindungen, Isolierung und Identifizierung der bei der Autoxydation von Ammoniumlinolat entstehenden Carbonylverbindungen 131
Carnitin, Bestimmung in biologischen Substraten 454
Carotin, Bestimmung in Rauhfutter und Trockengrünfutter 150
Carraghenin, Bestimmung in Milcherzeugnissen 228
Caseinhydrolysate, Bestimmung von l-Phenylalanin 77; Trennung der Phosphopeptide 80
Cellobiose, Bestimmung 86
Cellulose, Dünnschichtchromatographie an imprägnierter und nicht imprägnierter Cellulose 49
Cer, Einfluß auf die Thoriumbestimmung 418; auf die Vanadiumbestimmung 349
Cer-144, Abtrennung durch fokussierenden Ionenaustausch 47
Cer(IV), zur Bestimmung von Eisen(II) 127
Cerebrospinalflüssigkeit, Bestimmung von Aminosäuren 238; des Gesamtproteins und des γ-Globulins 79
Cer(IV)-sulfat, zur Titration von Quecksilber 360; Reduktion mit Molybdän(III) 336
Cerverbindungen, Bestimmung von Seltenen Erden 69
Chaulmoograöl, Bestimmung von Fettsäuren 375

Chelatometrie, Äquivalenzpunkt 285; Verwendung von Xylenolorange 127
Chemie, Lehrbuch der analytischen und präparativen anorganischen Chemie (JANDER-WENDT) 290 [L]; Chromatographie en Chimie Organique et Biologique (LEDERER) 281 [L]
Chemische Operationen, Neutronenaktivierungsanalyse ohne chemische Operationen 47
Chemische Spektralanalyse (ROLLWAGEN) 280 [L]
China-Alkaloide, elektrophoretische Untersuchung 445; oscillographische Untersuchung 445
Chinarinde, elektrophoretische Verteilung der Alkaloide 445
Chinin, Bestimmung 443, 444
Chinoline, Bestimmung in Erdöl 399
o-Chinone, Nachweis durch Pyrosynthese 265
Chlor, zum Aufschluß von oxydischen Mineralien 145; Einfluß auf die Energieabsorption bei Röntgenstrahlenbehandlung 230; Bestimmung in Reformkatalysatoren 48; in Düngemitteln 302; in der Benzollösung von Siliciumtetrachlorid 396; Bestimmung bei der Elementaranalyse 54; Bestimmung in organischen Verbindungen 372; in Polymeren 48
Chloracetamid, Nachweis 374
Chloraluminiumisopropylat, Bestimmung von Salzen organischer Säuren in Eisessig mit Chloraluminiumisopropylat oder seinem salzsauren Komplex 54
Chloramin, Oxydationsmittel in alkalischen Lösungen 288
Chlorat, Bestimmung neben Perchlorat 220
Chlorbenzol, gaschromatographische Analyse 135; Bestimmung in der Luft 381
Chlorid, Bestimmung 51, 288; Titration mit Silber 127; thermochemische Titration in geschmolzenem Silbernitrat 436; Bestimmung im klinischen Laboratorium 453; in Blutserum oder Plasma 235
Chloroform, Bestimmung 284
Chlorpikrin, Nachweis 412
Chlorpropamid, Bestimmung in Plasma 309
Chlortetracyclin, Bestimmung in Tetracyclin 305; in Futtermitteln 400
Cholesterin, R_f-Werte 312; Bestimmung 458; im klinischen Laboratorium 459; Bestimmung im Blut 456; im Blutserum 309; im Serum 456, 457; in α- und β-Serumprotein 457
Cholesterin-Eiweißfraktionen, Bestimmung 458
Cholesterinester, Bestimmung 458
Chondroitinschwefelsäure, Abtrennung 455
Chondrosin, Abtrennung 455
Chrom, Bestimmung als Oxinat 50; als Chinaldat 50; Abtrennung in Gegenwart von Phosphat 293; Abtrennung von Erdalkalien und Magnesium 293; Bestimmung kleiner Mengen in Lithiummetall oder Lithiumhydrid 384; Bestimmung in Silicium 388; in Zirkonium 391; in Zirkoniumoxid 398; in Nickel 367; in Lösungen in der Gerberei 151; in biologischen Flüssigkeiten 454; Einfluß auf die Thoriumbestimmung 418; auf die Bestimmung von Zirkonium und Hafnium 45; auf die Vanadiumbestimmung 349; auf die Nickelbestimmung 26; Beeinflussung durch Fe, Ni und Ti bei der Lösungsspektrographie 365
Chrom(III), Rücktitration im alkalischen Medium 260; Bestimmung in binären Mischungen mit anderen Metallen 260
Chromat, Nachweis von Palladium neben Chromat 299
Chromatographie, elektronenoptische Untersuchungen über Probleme der Chromatographie an Glasfaserpapier 194; Arbeiten an Platten aus Kieselgel oder Cellulose 49; Einfluß von Faktoren auf die Länge der Farbzone bei der Adsorptionschromatographie an Aluminiumoxyd 433
Chromatographie en Chimie Organique et Biologique (LEDERER) 281 [L]
Chromblauschwarz, Nachweis 427
Chromcarbid, Bestimmung von freiem Kohlenstoff 143
Chrom-Kupfer-Mischungen, Analyse binärer Mischungen 263
Chromogene, Beseitigung bei der Zimmermann-Reaktion von 17-Ketosteroiden 460
Chrom(III)-oxyd, Desaktivierung als Oxydationsschicht in Sauerstoffatmosphäre 410
Chrom-Quecksilber(II)-Mischungen, Analyse binärer Mischungen 263
Chrom-Thorium-Mischungen, Analyse binärer Mischungen 263
Chrom-Wismut-Mischungen, Analyse binärer Mischungen 263

Chylomikronenzahl, Bestimmung im Blutserum 309
Chymotrypsin, Bestimmung von Phenol neben Chymotrypsin 56
Cinchonin, Bestimmung 443, 444
Citrat, Trennung von Ionen in Gegenwart von Citrat 356; Einfluß auf die Thoriumbestimmung 418
Citronellol, Bestimmung im Gemisch mit Geraniol 375
Citrus-Bioflavanoide, Bestimmung von Flavanonen 154
Cocain, Bestimmung 451
Codein, Abtrennung 447
Convallatoxin, Erkennung 155
Coomassie, papierchromatographische Abtrennung 126
13-Corticosteroide, R_f-Wert 459
Corticosteron, R_f-Wert 460
Cortison, R_f-Wert 460
Crackgase, Bestimmung von Propadien und Propin 398
Crackkatalysatoren, Bestimmung von Aluminium und Magnesium 48
Crambe Abyssinica, Zusammensetzung der Fettsäuren des Samenöls 75
Cumolhydroperoxyd, Bestimmung 378
Cyanid, Titration mit Silber 127; mit markiertem Silbernitrat 436
Cyanide, Bestimmung im Fischgewebe 234
Cyanoferrat(II), zur Bestimmung von Thorium 362
Cyclandelatum, Bestimmung 160
Cyclohexan, Bestimmung 284
Cyclohexansulfaminsäure, Nachweis von Salzen 424
Cyclopentan, Bestimmung 284
Cymarin, Erkennung 156
Cymarol, Erkennung 156

2,4-Decadienal, Bestimmung 132
11-Dehydrocorticosteron, R_f-Wert 460
Dehydroepiandrosteron, Bestimmung im Harn 318
11-Desoxycorticosteron, R_f-Wert 460
Deuterium, Bestimmungsmethode 359; Bestimmung im Wasser 63, 359; in Wasser und organischen Verbindungen 359; in organischen Verbindungen 129
Diäthyläther, Bestimmung 284
Diäthyl-barbiturat, R_f-Wert 441
Dialkylketone, Nachweis in Gemisch mit Arylalkylketonen 375
Diallyl-barbiturat, R_f-Wert 441
o-Diaminobenzidin, zur Bestimmung von Selen in Milchpulver 228
o-Dianisidin, Indicator bei der Bestimmung von Hexacyanoferrat(II) mit Silbernitrat 365; zur Bestimmung von Glucose im Serum 239
Dianthrimid, zur Bestimmung von Bor 205; von Bor in Eisen und niedriglegierten Stählen 392
Diastase, Bestimmung im klinischen Laboratorium 453
Diazoverbindungen, Bestimmung 215
Dibenzofuran-2-sulfonate, zur Charakterisierung von Aminosäuren 237
Diboran, Bestimmung in Gemischen 374
2,2-Di-[carbamoyl-oxymethyl]-pentan, Identifizierung 159
Dichromat, Reduktion mit Molybdän-(III) 336; Bestimmung von Natrium in $K_2Cr_2O_7$ 141
Dichromate, Bestimmung 219
Digitalisblätter, Bestimmung von Digitoxin 442
Digitoxigenin, Erkennung 156
Digitoxigenin-3-acetat, Erkennung 156
Digitoxin, Erkennung 155; säulenchromatographische Bestimmung in Fingerhutblättern 442
Diglyceride, R_f-Werte 312; Bestimmung in Gemischen 376
Dihydroxydihydropräcalciferol, Absorptionsmaximum 166
6,7-Dihydroxy-2,4-diphenylbenzopyranol, zur Bestimmung von Germanium 212
Diisopropyläther, Bestimmung 284
2,3-Dimercaptopropansulfonsäure, zur Bestimmung von Calcium und Magnesium 293
p-Dimethylaminobenzylidenrhodanin, zur Bestimmung von Gold 203
Dimethylbutan, Bestimmung 284
1-cis-2-Dimethylcyclopentan, Bestimmung in Rohölen 399
Dimethylformamid, Analyse in ternären Lösungsmittelgemischen 286
Dimethylglyoxim, zur Bestimmung von Wismut 216
2,2-Dimethylhexandion-3,5, zur Bestimmung kleiner Mengen von Beryllium 203
3,3-Dimethylpentan, Bestimmung in Rohölen 399
2,2-Dimethylpropan, Bestimmung in Rohölen 399
3,5-Dinitrobenzamide, chromatographische Untersuchung 49
3,5-Dinitrobenzoesäure, Neutralisationsäquivalente von Estern 56
2,2-Dinitrodiphenyl, Nachweis 375
Dinitronaphathline, zum Nachweis von Zinn 364

Dinitronaphthole, zum Nachweis von Zinn 364
Dinitronaphthylamine, zum Nachweis von Zinn 364
Diosgenin, analytische Prüfung 318
Diphenhydramin, Bestimmung 160
Diphenyl, gaschromatographische Analyse 135; Bestimmung in Einwickelpapier 76
Diphenylamin, Analyse 368
Diphanylbenzidin, zum Nachweis von Nitrosoverbindungen 55
Diphenyldichlorsilan, gaschromatographische Analyse 135
Dipyridyleisenkomplexe, Ermittlung der Zusammensetzung 105
Dipyridylkobaltkomplexe, Ermittlung der Zusammensetzung 105
Distickstoffmonoxyd, Bestimmung von Stickstoffdioxyd 382
Dithiolverfahren, zur Molybdänbestimmung 4
Dithizon, Indicator bei der Titration von Blei mit Phosphat 213; Indicator bei der Bestimmung von Sulfat mit Bleinitrat 384
Dolomit, Untersuchung durch Ritzen des Kristalls 52; Bestimmung von Calcium 394
Dragees, Bestimmung von Farbstoffen 152
Dreikomponentengemische, Analyse 128
Dubaryl V, Bestimmung 306
Düngemittel, Bestimmung von Kalium 303
Düngemittelanalyse, Entwicklung 302
Dünnschichtchromatographie, an Platten aus Kieselgel oder Cellulose 49
Dumas-Methode zur Stickstoffbestimmung mit dem Kohlendioxyd-Druckregulator 129
Duopon 30, Bestimmung 306
Durabal, Bestimmung 306

Eier, Bestimmung von Antibiotica 400
Eierlikör, Bestimmung des spezifischen Gewichtes 225
Einkristalle, Abweichungen in der stöchiometrischen Zusammensetzung von Einkristallen von Metalloxyden 437
Einreibungen, Bestimmung von Calcium und Schwefel 439
Einschlüsse, Verhalten in Eisenwerkstoffen bei hohen Temperaturen 67; Bestimmung in Transformatorenblechen 67
Einwickelpapier, Bestimmung von Diphenyl 67
Eisen, Farbreaktion 275; Bestimmung 285; mit Xylenolorange 221; mit Benzhydroxamsäure 433; als Oxinat 50; als Chinaldat 50; Abtrennung und photometrische Bestimmung kleiner Mengen 221; Bestimmung neben anderen Metallen 222; Abtrennung von Cadmium 205; der Erdalkalien und Magnesium in Gegenwart von Phosphat 293; Trennung von Tellur 300; Bestimmung in Wein 223; kleiner Mengen in Lithiummetall oder Lithiumhydrid 384; Bestimmung in metallischem Uran 386; in Silicium 139, 388; in Zirkonium 391; in Zirkoniumoxid 398; in Nickel 367; in Nickeleisen 221; in Pyrrhotin 144; in Böden 145; des Verhältnisses von zwei- und dreiwertigem Eisen im Boden 145; Bestimmung von Eisen-Mangan-Silicateinschlüssen in Puddeleisen 67; Bestimmung in Titanschlacken 142; in Eisenkoks 71; in Pflanzen 150; in Düngemitteln 302; in Mineralölen 303; Bestimmung von zwei- und dreiwertigem Eisen in galenischen Präparaten 440; Bestimmung im klinischen Laboratorium 453; in biologischen Flüssigkeiten 454; Erfahrungen mit der Serumeisen- und Serumkupfer-Simultanbestimmung 237; Einfluß auf die Thoriumbestimmung 418; auf die Fällung von Uranylcyanoferrat(II) 210; auf die Bestimmung von Zirkonium und Hafnium 45; auf die Vanadiumbestimmung 349; auf die Nickelbestimmung 26; Beeinflussung der spektralanalytischen Bestimmung durch Ni, Cr und Ti 365; Analyse unter Anwendung der Spektralanalyse 392; Bestimmung von Kupfer 139; von Bor 392; von Arsen 141; Nachweis von Palladium neben Fe 299
Eisen(II), Nachweis mit 2-(2-Hydroxy-5-methoxyphenylazo)-4-methylthiazol 365; Bestimmung mit Cer(IV) Permanganat oder Vanadat 127
Eisen(III), Bestimmung mit Titan(III) 127; mit ÄGTA und Sulfosalicylsäure 298; mit 2-Thenoyltrifluoroaceton 298
Eisen(III)-ammoniumsulfat, zur Titration von Vanadium(II)-salzen 296
Eisencitrat, Abtrennung 357
Eisendipyridylkomplexe, Ermittlung der Zusammensetzung 105
Eisengießereien, Anwendung der Spektralanalyse 67
Eisenkoks, Untersuchung 71

Eisen-Mangan-Silicateinschlüsse, Bestimmung in Puddeleisen 67
Eisen-Nickel-Kupfer-Gemisch, zur Bestimmung von Osmium und Ruthenium 394
Eisen(II)-oxyd, Bestimmung in Hochofenschlacke 302
Eisen(II)-phenanthrolinjodidkomplex, Löslichkeit in organischen Lösungsmitteln 221
Eisenpulver, Nachweis durch Verreiben mit Schwefelpulver 52
Eisen(II)-salzsäule, zur Bestimmung von Stickstoffmonoxyd 434
Eisen(II)-sulfat-Trennsäule, zur Bestimmung von Stickstoffmonoxyd 434
Eisenwerkstoffe, Verhalten von isolierten Einschlüssen bei hohen Temperaturen 67
Eisessig, Lösungsmittel zur Bestimmung von Salzen organischer Säuren mit Chloraluminiumisopropylat 54
Eiweiß, Bestimmung von Gesamteiweiß im klinischen Laboratorium 453; Bestimmung von Jod 236
Eiweiß-Cholesterinfraktionen, Bestimmung 458
Elektrochemische Methoden, der Ultramikroanalyse 435
Elektroden, Vermeidung der Gasentwicklung an Elektroden der Elektrophoreseapparatur 126
Elektrodenreaktionen, bei der Rechteckwellenelektrolyse 46
Elektrodenschlamm der Kupferelektrolyse, Bestimmung von Arsen und Antimon 69
Elektrogravimetrische Analysen, Potentiostat 46
Elektrolytsilber, Bestimmung von Wismut und Blei 138
Elektronenoptische Untersuchungen, bei der Chromatographie an Glasfaserpapier 194
Elektrophoreseapparatur, Vermeidung der Gasentwicklung an den Elektroden 126
Elementaranalyse, Wirksamkeit von Verbrennungskatalysatoren zur Bestimmung von Kohlenstoff und Wasserstoff in organischen Verbindungen 369; Desaktivierung von Oxydationsschichten in Sauerstoffatmosphäre 406; Mikroanalyse organischer Verbindungen 367; Verbesserung bei der organischen Mikroelementaranalyse 53; Bestimmung von Deuterium in organischen Verbindungen 129; von Tritium in organischen Verbindungen 368; radiometrische Bestimmung tritium-markierter organischer Verbindungen 129; Nachweis von Kohlenstoff in organischen Verbindungen 368; von Kohlenstoff in organischen Substanzen 369; von C und H 54; von Stickstoff in organischen Verbindungen 129, 370; Submikrobestimmung von tertiärem Stickstoff 370; statistische Bewertung der Bestimmungsmethode von Stickstoff nach KJELDAHL 371; Mikrobestimmung von Sauerstoff in organischen Verbindungen 371; Bestimmung von Schwefel in Mineralölen und Feststoffen 400; von Fluor in organischen Verbindungen 371; von Chlor in organischen Verbindungen 372; Strömungsmesser für kleine Gasgeschwindigkeiten der Mikroelementaranalyse 53; Bau eines automatischen Ofens 128; Wägecapillare für flüchtige Substanzen zur C-, H- und N-Bestimmung 370
Elementary Practical Organic Chemistry. Part III. Quantitative Organic Analysis. (VOGEL) 52 [L]
Elemente, Bestimmung kleiner Mengen von Zirkoniumoxid 397
Elemente der Reduktionsgruppe, papierchromatographische und papierionophoretische Trennung 28
Eluiergerät, für die Papierchromatographie 126
Embelin, analytische Verwendung 277
Emetinhydrochlorid, Bestimmung 446
Emulsionsliköre, Bestimmung des spezifischen Gewichtes 225
Enzyme, Nachweis durch Papierchromatographie 319
Ephedra, Bestimmung von Ephedrin und Pseudoephedrin 159
Ephedrin, Bestimmung in Ephedra 159
Epichlorhydrin, Nachweis 374
Epoxide, Lage der C-H-Valenzschwingungen 130
Erbium, Farbreaktion 275
Erdalkalien, Abtrennung von Aluminium in Gegenwart von Phosphat 293; von Aluminium, Eisen und Chrom 293; von Blei 360; von Eisen in Gegenwart von Phosphat 293; Bestimmung von Natrium neben Erdalkalien 291
Erdalkalioxidkathoden, flammenphotometrische Analyse 71
Erdnußöl, Bestimmung von Fettsäuren 375
Erdnußphosphatide, Trennung 454

Erdöl, Trennung höhermolekularer Kohlenwasserstoffe 400
Erdöldestillate, massenspektrometrische Untersuchung 399
Ergosterol, Absorptionsmaximum 166
Ergotamin, Bestimmung 450
Eriochromschwarz T, Indicator bei der Bestimmung von Mangan 298
Erucasäure, Bestimmung im Samenöl 76
Erythrocyten, Bestimmung von Spurenelementen 454
Erythromycin-thiocyanat, Bestimmung in Futtermitteln 400
Erze, colorimetrische Untersuchung 300; Bestimmung von Lithium und Caesium 70; von Silber und Quecksilber durch Titration mit Thioharnstofflösung 385; von Scandium 393; von Uran 70; von Zirkonium 214; Extraktion von Osmium und Ruthenium 394
Escherichia Coli, Nachweis von Enzymen 320
Essenzenessig, Unterscheidung von Gärungsessig 225
Essig, Bestimmung der Aminosäuren 225
Essigbakterien, Nachweis von Aminosäuren 59
Essigsäure, Bestimmung im Wein 59
Essigsäure-Wasser-prim.-n-Butanol, Untersuchung des Gemisches 52
Essigsäure-Wasser-Isoamylalkohol, Untersuchung des Gemisches 52
Ester, colorimetrische Bestimmung 446
Eucalyptus, Bestimmung von Flavanol 155
Europium, Bestimmung von Seltenen Erden in Europium 208
Explosivstoffe, Bestimmung der Thermostabilität leicht flüchtiger Explosivstoffe 150
Extractum Ipecacuanhae, Bestimmung des Alkaloidgehaltes 447

Fällungschromatographie, zur Bestimmung von Zink 204
Farbstoffe, Identifizierung in pharmazeutischen Präparaten 152
Farbzone, Einflüsse auf die Länge der Farbzone bei der Adsorptionschromatographie an Aluminiumoxyd 433
Fermentansätze, Bestimmung von Streptomycin und Penicillin 452
Ferroinjodid, Löslichkeit in organischen Lösungsmitteln 221
Ferrolegierungen, Bestimmung von Stickstoff 67
Ferromangan, Bestimmung von Stickstoff 67
Ferrosilicium, Bestimmung von Silicium 35, 36
Fett, Untersuchung von Fetten unbekannter Zusammensetzung 226; Bestimmung der Ungesättigtheit hydrierter Fette 304; Bestimmung in Milch 227; Analyse (Kaufmann) 281 [L]
Fettindustrie, einheitliche Untersuchungsmethoden 304
Fettprodukte, Analyse (Kaufmann) 281 [L]
Fettsäureester, Bestimmung im Blutserum 309
Fettsäuregemische, Bestimmung gesättigter Fettsäuren 375
Fettsäuremethylester, Identifizierung durch Markierung mit Kohlenstoff-14 133
Fettsäuren, einheitliche Untersuchungsmethoden 304; Analyse durch direkte Photometrie 132; Analyse technischer Fettsäuren 73; Nachweis und Bestimmung hoch ungesättigter Fettsäuren 132; Ausmessung von Radialpapierchromatogrammen ungesättigter Fettsäuren mit dem Mikrophotometer 133; gaschromatographische Analyse der Methylester 133; Bestimmung in Gemischen 375, 376; Trennung mittels Harnstoffeinschlußverbindungen aus Sonnenblumenöl 226; Bestimmung im Samenöl des abessinischen Meerkohles 75
Fibrin, bei der Bestimmung von Fibrinogen 312
Fibrinogen, Bestimmung im klinischen Laboratorium 453; im Plasma 312
Fingerhutblätter, Bestimmung von Digitoxin 442
Fischgewebe, Bestimmung von Cyaniden 234
Flammenspektrometer, zur Registrierung von Spektren auf Papier 438
Flavanol, Bestimmung in Pflanzenextrakten und pharmazeutischen Präparaten 154
Flavanone, Bestimmung in Citrus-Bioflavanoiden 154
Flavonoide, elektrophoretische Auftrennung und densitometrische Bestimmung 136
Flaxedil, gravimetrische Mikrobestimmung 159
Fleisch, Bestimmung von Antibiotica 400
Fleischsalat, Sorbinsäuregehalt 182

Flüchtige Substanzen, Wägecapillare zur C-, H- und N-Bestimmung 370
Flüssige Substanzen, Verbrennung nach Schöniger 53
Fluor, Bestimmung in Gasgemischen 220; Mikrobestimmung in organischen Verbindungen 371
Fluorescein, papierchromatographische Abtrennung 126
Fluorid, Bestimmung in Körperflüssigkeiten 234; Einfluß auf die Thoriumbestimmung 418; auf die Bestimmung von Zirkonium und Hafnium 45
1-Fluoro-2,4-dinitrobenzol, zum Nachweis von Aminen 309
Flußwasser, Bestimmung von Na und K 291
Formaldehyd, Farbreaktion mit Phloroglucin 55; Bestimmung neben Hexamethylentetramin 55; Bestimmung in technischem Urotropin 307
Formaldoxim, zur Bestimmung von Nickel und Mangan 198
Formiate, Analyse der Gase bei Zersetzung von Mischformiaten 284
Fradiomycin, Bestimmung 453
Fritillaria Raddeana, Bestimmung der Alkaloide 451
Fungicide, Bestimmung des Polysulfidschwefels 151
Furfurol-Salzsäure-Probe, bei der Untersuchung von Fettsäuren 74
Futter, Bestimmung von Carotin in Rauhfutter und Trockengrünfutter 150; von Antibiotica 400

Gäransätze, Bestimmung von Chlortetracyclin und Bromtetracyclin in Tetracyclin aus Gäransätzen 305
Gärungsessig, Unterscheidung von Essenzenessig 225
Galaktosamin, Abtrennung 455
Galaktose, Bestimmung 86
Galenische Präparate, Bestimmung von zwei- und dreiwertigem Eisen 440
Gallium, Bezugselement bei der spektrochemischen Untersuchung von Zirkoniumoxyd 398; Farbreaktion 275; Bestimmung als Oxinat 50; als Chinaldat 50; papierchromatographische Abtrennung 206; Abtrennung von anderen Metallen 295; Abtrennung von großen Mengen Zink 294; Trennung von Indium 295; Bestimmung in Silicium 388
Gaschromatographie, Einflüsse von Viscosität und Menge der stationären Phase auf die Bodenzahl gaschromatographischer Säulen 434; Bewegung einer Substanz an der Säule 125; Bestimmung von Gasen, die mit Metallsalzen reversible Additionsverbindungen bilden 434; Untersuchung labiler Verbindungen 125; Verwendung der katalytischen Verbrennung als Detektionsmethode 125; Anwendung eines Betriebsgaschromatographen 282; Entwicklung eines Präzisionsgaschromatographen 124; Apparatur zur präparativen Gaschromatographie 125; Verwendung einer Trennsäule mit beweglichem Heizapparat 125; Analyse mit Hilfe von Molekularsieb-Säulen 283; Sekundäreffekte bei der Verwendung von Molekularsieben in Vorsäulen 284; Gerät zum Einlaufen von Säulen vor der Verwendung 433; automatischer Meßbereichswechsler 126; Anwendung eines Mikrohitzdrahtdetektors in einem Mikrogaschromatographen 283; analytische Genauigkeit bei Verwendung von Wärmeleitfähigkeitszellen 283; Empfindlichkeit von Wärmeleitfähigkeitszellen 434
Gaschromatographie (Bayer) 281 [L]
Gase, Apparatur zur Bestimmung geringer Mengen von Verunreinigungen 382; Messung des Volumens mit dem Voludeprimator 289; Analyse der Gase bei der Zersetzung von Mischformiaten, Mischoxalaten und Mischcarbonaten 284
Gasentwicklung, Vermeidung an den Elektroden der Elektrophoreseapparatur 126
Gasgemische, Bestimmung von Fluor 220
Gehirnlipoide, Bestimmung von Neuraminsäure 454
Gelatine, Bestimmung von Thiosulfat in photographischer Gelatine 307
Geraniol, Bestimmung in Mischung mit Citronellol 375
Gerberei, Bestimmung von Chrom in Gerbereilösungen 151
Germanium, Bestimmung mit Trioxyfluoronderivaten 211; photometrische Bestimmung mit 6,7-Dihydroxy-2,4-diphenylbenzopyranol 212; Bestimmung in biologischen Flüssigkeiten 454
Germaniumtetrachlorid, Austreiben im Stickstoffstrom 212
Geschmolzene Salze, thermochemische Titrationen 436
Gesteine, Bestimmung von Li, K, Na und Rb 393

Getreideöle, Bestimmung des Neutralölgehaltes 304
Gewebe, Bestimmung von Kalium 231; Bestimmung von Kohlenstoff-14, Tritium und Schwefel-35 233; von Salicylsäure 316; von Adrenalin und Noradrenalin in Nebennierengewebe 315
Gewürzgurken, Sorbinsäuregehalt 182
Glaselektroden, zur Durchführung von p_H-Messungen unterhalb des Gefrierpunktes 435
Glasfaserpapier, elektronenoptische Untersuchungen über Probleme der Chromatographie an Glasfaserpapier 194
Glimmer, Bestimmung von Kalium 393
Globulin, Bestimmung im klinischen Laboratorium 453; in der Rückenmarksflüssigkeit 79
Glucosamin, Abtrennung 455
Glucose, Bestimmung 86; papierchromatographische Auftrennung sulfurierter Glucose 135; Bestimmung im Blut 314; der „scheinbaren" Blutglucose 239; Bestimmung im Serum 239
Glucosemethyläther, Bestimmung 376
Glucoseoxydase, Nachweis 320
Glucuronsäure, Bestimmung 86, 134
Glucuronsäure-lacton, Bestimmung 86
Glyceride, infrarotspektroskopische Charakterisierung 56; R_f-Werte 312
Glycerin, Analyse in ternären Lösungsmittelgemischen 286
Glycin, beim pyrolytischen Nachweis von Hippursäure 425
Glykol, Analyse in ternären Lösungsmittelgemischen 286
Glyoxylsäure, photometrische Bestimmung 134
Gold, Farbreaktion 275; colorimetrische Bestimmung mit p-Dimethylaminobenzylidenrhodamin 203; spektralphotometrische Bestimmung 299; Abtrennung 28; Trennung kleiner Mengen von Kupfer 203; von Cadmium 205; von Thorium 362; Nachweis von Palladium neben Gold 299
Grubengase, gasanalytische Bestimmung von Methan 62
Guanidincarbonat, Nachweis durch Pyrosynthese 265
Gurken, Sorbinsäuregehalt von Gewürzgurken 182

Hafnium, Reaktion mit Xylenolorange 221; komplexometrische Titration 42; Bestimmung mit Xylenolorange 214; Bestimmung in Wolframmetall oder -legierungen 391; Einfluß von Fremdionen auf die Bestimmung 45; Bestimmung von Tantalbeimengungen 139
Halogenalkyle, Nachweis primärer Halogenalkyle 373
Halogenide, zur Silberbestimmung 289
Halogenverbindungen, Lage der C-H-Valenzschwingungen 130
Harn, Bestimmung von K, Na, Ca, Mg und P 231; von Ca, Na und K 233; von Radiostrontium 233; von Phosphat 234; von Hexosamin 315; von Harnsäure 462; von 17-Ketosteroiden 240; von Pregnandiol, Pregnantriol und 20-Ketopregnandiol 316, 317; von Dehydroepiandrosteron 318. — Siehe auch Urin
Harnsäure, enzymatische spektralphotometrische Bestimmung 462; Bestimmung in befallenem Weizenmehl 60; im Harn 462; in Konkrementen 462
Harnstoff, Bestimmung 133; im klinischen Laboratorium 453
Harnstoffeinschlußverbindungen, zur Trennung von Sonnenblumenölfettsäuren 226
Harze, Analyse (Kaufmann) 281 [L]
Haschisch-Inhaltsstoffe, Identifizierung 153
Hefephosphatide, Trennung 454
Helium, gaschromatographische Abtrennung 202
Heparine, Abtrennung 455; Bestimmung im Blut 239
Heptan, Analyse 368; Bestimmung 125
Heroin, Bestimmung 451
Herzglykoside, Erkennung 155
Hesperetin, Bestimmung 154
Hesperidin, Bestimmung 154
Heteroside, elektrophoretische Trennung und densitometrische Bestimmung 136
Hexachlorcyclohexan, infrarotspektrophotometrische Bestimmung der Isomeren 152
Hexacyanoferrat(II), zur Bestimmung von Thorium 362; maßanalytische Bestimmung 365
Hexacyanoferrat(III), Oxydationsmittel in alkalischen Lösungen 288; Nachweis von Palladium neben Hexacyanoferrat 299
Hexamethylentetramin, Nachweis 420; Bestimmung von Formaldehyd neben Hexamethylentetramin 55
Hexamethylose, papierchromatographische Abtrennung 377

Hexamin, Nachweis durch Pyrooxydation 421; Nachweis mit Ammoniumchlorid 421; Nachweis von Benzoylperoxyd durch Pyrooxydation von Hexamin 422
n-Hexan, Bestimmung 125, 284
n-Hexanal, Bestimmung 132
Hexen, Bestimmung 284
Hexosamine, Bestimmung als Phenylthiocarbamylderivate 314; Bestimmung im Harn 315
Hippursäure, Nachweis durch pyrolytische Bildung von Glycin 425
Histamin, Bestimmung in Lebensmitteln 229
Histidin, Bestimmung von Phenol neben Histidin 56
Hitzdrahtdetektor, Anwendung eines Mikrohitzdrahtdetektors in einem Mikrogaschromatographen 283
Hochfrequenzluminescenzspektren, mit Hochfrequenzgenerator 46
Hochofenschlacke, Analyse 302
Hochwiderstands-Polarographie an vibrierenden Platinelektroden 435
Hormone, Energieabsorption bei Röntgenstrahlenbehandlung 230
Hülsenfrüchte, Nachweis von Metanilgelb 229
Hyalobiuronsäure, Abtrennung 455
Hyaluronsäure, Abtrennung 455
Hybridenwein, Nachweis in Wein aus Vinifera-Reben 224
Hydrierte Öle, Bestimmung der Ungesättigtheit 304
Hydrocortison, R_f-Wert 460
Hydrodesulfurierungskatalysatoren, Untersuchung 48
Hydrogencarbonatlösungen, bei der Polarographie von Uranverbindungen 210
Hydron II, Indicator bei der Bestimmung von Calcium neben Magnesium im Wasser 383
Hydroperoxide, Bestimmung mit Arsen(III) 148
Hydroxamate, zur Trennung von verschiedenen Alkaloiden 451
8-Hydroxychinaldin, zur Bestimmung von Metallen 49
17-Hydroxy-11-desoxycorticosteron, R_f-Wert 460
2-(2-Hydroxy-5-methoxyphenylazo)-4-methylthiazol, zur Bestimmung von Eisen(II) 365
2-Hydroxy-1-naphthaldehyd, zur Bestimmung von Isonicotinsäurehydrazid 443
17α-Hydroxyprogesteron, R_f-Wert 460
Hydroxytetracyclin, Bestimmung in Futtermitteln 400
Hygromycin B, Bestimmung in Futtermitteln 400
Hygrophotographie, zur Bestimmung kleiner Wassermengen 287
Hypobromit, Oxydationsmittel in alkalischen Lösungen 288
Hypochlorit, Oxydationsmittel in alkalischen Lösungen 288
Hypojodit, Oxydationsmittel in alkalischen Lösungen 288

1,1′-Iminodianthrachinon, zur Bestimmung von Bor 205
Imperatorin, Bestimmung 157
Indicatoren, neue Adsorptionsindicatoren 288; Peroxychromsäure als anorganischer Indicator bei Neutralisationstitrationen 437; Verwendung von Murexid als Indicator 288; Solochromschwarz 6 BN bei der Titration von Zirkonium und Hafnium 42; Stilbazo als metallochromer Indicator 274; Verwendung von Variaminblausulfat als Redoxindicator 51; von Xylenolorange in der Komplexometrie 127
Indigocarmin, bei der Scandiumbestimmung 293
Indium, Farbreaktion 275; radiochemische Bestimmung durch Amalgamaustausch 48; Bestimmung als Oxinat 50; als Chinaldat 50; papierchromatographische Abtrennung 206; Trennung von Gallium 295; Abtrennung aus zinnhaltigen Materialien 211; Bestimmung in Uran und Thorium sowie deren Salzen 386; in Silicium 388; in Zirkonium 391; Bestimmung von Blei und Zink 138
Indole, Bestimmung in Erdöl 399
Industriewässer, Bestimmung kleiner Phenolmengen 384
Infrarotspektren, Lage der C-H-Valenzschwingungen 130
Infrarotspektrophotometer, Verfolgen von Reaktionen mit dem Infrarotspektrophotometer 124
Infusum Ipecacuanhae, Bestimmung des Emetingehaltes 447
Injektionslösungen, Bestimmung von Apomorphin 449
Insecticide, Bestimmung des Polysulfidschwefels 151
Ionen, Einflüsse auf die Länge der Farbzone von Ionen bei der Adsorptionschromatographie an Aluminiumoxyd 433; Trennung als Citrate 356

Ionenaustausch, Trennung von Radionukliden durch fokussierenden Ionenaustausch 47
Ionenaustauscher und Papierchromatographie (Daecke) 281 [L]
Ionenaustauschkapazität, Bestimmung in Natriumtonmineralien 69
Ipecacuanha-Alkaloide, elektrophoretische Untersuchung 445; colorimetrische Bestimmung in pharmazeutischen Zubereitungen 446
Iridium, spektralphotometrische Bestimmung 299; Abtrennung von Rhodium 367
Iridium-Zinnlegierungen, Analyse 388
Isoamylalkohol-Essigsäure-Wasser, Untersuchung des Gemisches 52
Isobutan, Bestimmung 284; Abtrennung 373
Isobutanol, Bestimmung von Wasser 244
Isobuten, Abtrennung 373
Isobutylen, Bestimmung 284
Isonicotinsäurehydrazid, Bestimmung 157; fluorimetrische Bestimmung 443
Isopentan, Bestimmung 284
Isophoronkomplex, zur Bestimmung von Eisenkomplexionen 221
Isophthalsäure, Abtrennung 57
Isopropanol, Bestimmung 284; Bestimmung von Wasser 245
Isopropyl-allyl-barbiturat, R_f-Wert 441
Isopropyl-β-bromallyl-barbiturat, R_f-Wert 441
Isopropylphenol, Abtrennung 379
Isoquercitrin, Identifizierung in Baumwollsamen 305
Isoquercitrosid, Abtrennung 136
Isotope, Trennung von trägerfreien Radioisotope 285
Isotope, radioaktive Isotope in der Biochemie (Broda) 230 [L]
Isovaleraldehyd, Bestimmung 284

Jod, Titration mit Thiosulfat 127; Bestimmung in Trinkwasser 63; in Silicium 388; in Meeralgen und anderen pflanzlichen Stoffen 303; im Eiweiß 236
Jodat, Bestimmung mit Silbernitratlösung 435; Nachweis neben Perjodat 220; Bestimmung in Meerwasser 137
Jodid, Bestimmung 288; Abtrennung aus Lösungen von verschiedenen Ionen 298; Bestimmung in Meerwasser 137
Jodlösung und Tetramethyldiaminodiphenylmethan, zur Bestimmung von Schwefeldioxyd in der Luft 62
Johannisbeersaft, Sorbinsäuregehalt 182

Kabeljaumuskulatur, Bestimmung von Purinen, Pyrimidinen und Nucleosiden 462
Kämpferol, Abtrennung 136
Käse, Auftrennung von Phosphopeptiden 80
Kakao, Bestimmung von Ascorbinsäure 229
Kalisalze, Bestimmung von Kalium 146; von Rubidium 438
Kalium, Empfindlichkeit des Nachweises als Tripelsalz 292; Bestimmung durch Messung der β-Aktivität von ^{40}K 292; Abtrennung 290, 291; von Magnesium 203; von Cadmium 205; Bestimmung in Gesteinen und Mineralien 393; in Glimmern 393; in Düngemitteln 302; 303, radiometrische Bestimmung von Kalium in Kunstdüngern und Kalisalzen 146; Bestimmung in Pflanzen 150; in pharmazeutischen Grundstoffen 439; im klinischen Laboratorium 453; in biologischen Flüssigkeiten 454; in Blut, Organen, Geweben, Milch, Brot usw. 231; in Proben von Harn, Milch oder Blut 231; im Harn 233; Einfluß auf die Thoriumbestimmung 418; Bestimmung von Mangan neben Kalium 438
Kaliumcyanomolybdat(V), zur Bestimmung von Kobalt 222
Kaliumdichromat, Bestimmung von Natrium 141
Kaliumhexacyanoferrat(II), Bestimmung 365
Kaliumjodid, Reaktion von Wismutnitrat mit N-haltigen organischen Verbindungen in Gegenwart von Kaliumjodid 443
Kalium-Kupfer-Bleinitrat, zum Kaliumnachweis 292
Kaliumtetrafluorobromat, zur Bestimmung von Oxyden in Metallfluoriden 301
Kalkstein, Bestimmung von Calcium 394
Kalomelelektroden, zur Durchführung von p_H-Messungen unterhalb des Gefrierpunktes 435
Kartoffelfruchtwasser, Bestimmung von Ascorbinsäure 229
Katalysatoren, Bestimmung von Aluminium und Magnesium in frischen Crack-Katalysatoren 48; von Aluminium, Platin und Chlor in Reformkatalysatoren 48; Untersuchung von Hydrodesulfurierungskatalysatoren 48; Bestimmung von Natriumarsenit

in vergifteten Schwefelsäurekatalysatoren 48; verschiedene Katalysatoren bei der Oxydation von Oxalsäure mit Permanganat bei tiefen Temperaturen 14
Kathoden, flammenphotometrische Analyse von Erdalkalioxidkathoden 71
Kationen, Abtrennung von Cadmium 205
Keratosulfat, Abtrennung 455
Keton-250, Papierchromatographie 461
Ketone, Konstitutionsermittlung 282; halbquantitative Bestimmung 374; Erfassung kleiner Wassermengen 241
20-Ketopregnandiol, Bestimmung im Harn 316
15-Ketosteroide, R_f-Werte 459
17-Ketosteroide, Beseitigung der Chromogene bei der Zimmermann-Reaktion 460; Bestimmung im klinischen Laboratorium 459; im Harn 240
Kettenverbindungen, Lage der C-H-Valenzschwingungen in aliphatischen Kettenverbindungen 130
Kieselgel, Dünnschichtchromatographie an imprägnierten und nichtimprägnierten Platten aus Kieselgel 49
Kieselsäure, Bestimmung in Hochofenschlacke 302
Kinetische Energie, Beeinflussung von viscosimetrischen Messungen 128
Klinisches Laboratorium, Ultramikromethoden 453; Bestimmung von Cholesterin und 17-Ketosteroiden 459
Knochen, nasser Aufschluß 231
Knochenmark, nasser Aufschluß 231
Kobalt, Farbreaktion 275; Bestimmung 285; durch Oxydation mit Kaliumcyanomolybdat(V) 222; Bestimmung als Oxinat 50; Abtrennung von Cadmium 205; Bestimmung in Zirkonium 391; in Zirkoniumoxid 398; in Nickel 367; in Erzen 300; in Pyrrhotin 144; in Gemischen von Carbiden 142; in biologischen Flüssigkeiten 454; Einfluß auf die Kupferbestimmung in Stahl 139; auf die Thoriumbestimmung 418; auf die Vanadiumbestimmung 349; Bestimmung von Eisen in reinem Kobalt 221; Nachweis von Palladium neben Co 299
Kobaltcitrat, Abtrennung 357
Kobalt-dipyridylkomplexe, Ermittlung der Zusammensetzung 105
Kobaltoxyd, Desaktivierung als Oxydationsschicht in Sauerstoffatmosphäre 409; Einfluß auf Kupferoxyd als Oxydationsschicht in der Elementaranalyse 409
Kobalt(II)-oxyd, Abweichungen der stöchiometrischen Zusammensetzung von Einkristallen 437
Körperflüssigkeiten, Bestimmung von Fluorid 234; Trennung von Aminosäuren und Zuckern aus Hydrolysaten von Körperflüssigkeiten 310
Kohle, Bestimmung von Schwefel 147
Kohlendioxyd, Hochfrequenzlumineszenzspektrum 46; Absorption bei der Mikroelementaranalyse 53
Kohlendioxyd-Druckregulator für die Mikro-Dumas-Methode 129
Kohlenhydrathydrolysate, Trennung von Aminosäuren und Zuckern 311
Kohlenmonoxyd, Bestimmung an einer Cu^I-Chloridsäule 434
Kohlenstoff, Nachweis 368; Bestimmung in Titancarbiden und Sintermetallegierungen 390; in Titantetrachlorid 397; von freiem Kohlenstoff in Chromcarbid 143; Bestimmung im Stahl 66; in Eisenkoks 71; Wirksamkeit von Verbrennungskatalysatoren bei der Bestimmung von C in organischen Verbindungen 369; Bestimmung in organischen Verbindungen 54, 367, 369; in flüchtigen organischen Substanzen 370
Kohlenstoff-14, zur Markierung von Fettsäuremethylester bei ihrer Identifizierung 133; Bestimmung in Blut oder Gewebe 233
Kohlenstoff-Wasserstoff-Valenzschwingungen, in der IR-Spektroskopie 130
Kohlenwasserstoffe, Lage der C-H-Valenzschwingungen in aromatischen Kohlenwasserstoffen 130; gaschromatographische Untersuchung 283; gaschromatographische Bestimmung von C_4- und leichteren Kohlenwasserstoffen 373; Analyse von C_5-Kohlenwasserstoffgemischen 147; Bestimmung gesätt. Kohlenwasserstoffe in Rohölen 399; Trennung höher molekularer Kohlenwasserstoffe in Erdölen 400; Gruppenanalyse in Benzinen 148; Bestimmung von Tritium 368
Koks, Untersuchung von Eisenkoks 71; Bestimmung von Schwefel 147
Komplexe, Methode zur Ermittlung der Zusammensetzung schwacher Komplexe 104
Komplexometrie, Äquivalenzpunkt 285; Verwendung von Xylenolorange 127
Konkremente, Analyse auf Harnsäure 462
Konzentrate, Bestimmung von Zirkonium 214

Kreatinphosphokinase, titrimetrische Bestimmung 463
Krötenmuskel, Bestimmung von Adeninpolyphosphaten 463
Küken, Bestimmung von Acetylcholin an Kükenmuskeln 310
Kunstdünger, Bestimmung von Kalium 146
Kupfer, Farbreaktion 275; Reaktion mit 2,3-Butandiamin-N,N,N′,N′-tetraessigsäure 288; colorimetrische Bestimmung kleiner Mengen 202; Bestimmung mit Biscyclohexanonoxalyldihydrazon oder Oxalyldihydrazid 139; mit Anthranilsäure 292; als Oxinat 50; als Chinaldat 50; Bestimmung neben Silber 289; Abtrennung von Cadmium 205; Trennung von Selen und Tellur 299; von Tellur 300; Bestimmung kleiner Mengen in Lithiummetall oder Lithiumhydrid 384; Bestimmung in metallischem Uran 386; in Silicium 388; in Zirkonium 391; in Zirkoniumoxid 398; in Nickel 367; in Erzen 300; in Pyrrhotin 144; in Düngemitteln 302; in Pflanzen 150; in biologischen Flüssigkeiten 454; im Serum 231; Erfahrungen mit der Serumeisen- und Serumkupfer-Simultanbestimmung 237; Einfluß auf die Thoriumbestimmung 418; auf die Fällung von Uranylcyanoferrat(II) 210; auf die Bestimmung von Zirkonium und Hafnium 45; auf die Vanadiumbestimmung 349; Bestimmung kleiner Mengen Gold neben Kupfer 203; Nachweis von Palladium neben Cu 299
Kupfer(I)-chloridsäule zur Bestimmung von Olefinen und Kohlenmonoxyd 434
Kupfer-Chrom-Mischungen, Analyse binärer Mischungen 263
Kupfercitrat, Abtrennung 357
Kupfer-Eisen-Nickel-Gemisch, zur Bestimmung von Osmium und Ruthenium in Erzen 394
Kupferelektrolyse, Bestimmung von Arsen und Antimon im Elektrodenschlamm 69
Kupfer-Kalium-Bleinitrat, zum Kaliumnachweis 292
Kupferlegierungen, Bestimmung von Phosphor 385
Kupferoxyd, Desaktivierung als Oxydationsschicht in der Elementaranalyse 407
Kupferpulver, bei der Trennung von Rhodium und Iridium 367
Kupfersalze, polarographische Untersuchung in flüssigem Ammoniumjodid 48
Kupfer-Silberlegierungen, Titration von Silber und Quecksilber 385
Kupfersulfat, Katalysator bei der Oxydation von Oxalsäure mit Permanganat 14
Kupferthiuramat, zur Bestimmung von Silber 292

Labile Verbindungen, Gaschromatogramm 125
Lactose, Bestimmung in Milch und Serum 227
Lagermetalle, Bestimmung von Ba, Ca und Na in Lagermetallen auf Bleibasis 389
Lanthan, Farbreaktion 275; Abtrennung durch Ionenaustausch 208; Abtrennung von Cadmium 205; Einfluß auf die Vanadiumbestimmung 349
Lanthan-140, Abtrennung durch fokussierenden Ionenaustausch 47
Lanthanide, Abtrennung 208
Laurinsäureallylester, Bestimmung 376
Lebensmittel, Gehalt an Sorbinsäure 182; Bestimmung von Histamin 229. — Siehe auch Nahrungsmittel
Legierungen, Bestimmung von Kupfer 139; hoher Siliciumgehalte 34
Lehrbuch der analytischen und präparativen anorganischen Chemie (Jander-Wendt) 290 [L]
Liköre, Bestimmung des spezifischen Gewichtes von Emulsionslikören 225
Limonen, Analyse im Gemisch mit β-Pinen und Myrcen 128
Linolsäure, Ausmessung von Radialpapierchromatogrammen 133; Bestimmung im Samenöl 76
Lipoide, Trennung auf mit Kieselsäure imprägniertem Papier 312; Bestimmung von Neuraminsäure in Gehirnlipoiden 454
Lipoidphosphor, Bestimmung im Blutserum 309
Lipoproteide, Vorfärben bei der Papierelektrophorese 312
Liquor cerebrospinalis, Bestimmung von Aminosäuren 238; des Gesamtproteins und des γ-Globulins 79
Lissamin, papierchromatographische Abtrennung 126
Lithium, Abtrennung 291; von Cadmium 205; Bestimmung in Gesteinen und Mineralien 393; in Erzen 70; in Steinsalz oder Sudsalz 438; in biologischen Flüssigkeiten 454; Einfluß auf

die Thoriumbestimmung 418; Bestimmung von Natrium neben Lithium 291; von Ni, Cu, Si, Fe, Cr, Al und LiOH in Lithiummetall 384
Lithium-Aluminiumnitrid, zur Analyse von Verbindungen, die aktiven Wasserstoff enthalten 372
Lithiumhydrid, Bestimmung von Ni, Cu, Si, Fe, Cr, Al und LiOH in Lithiumhydrid 384
Lithiumhydroxid, Bestimmung in Lithiummetall oder Lithiumhydrid 384
Lobeliaalkaloide, plattenchromatographische Trennung 445
Lösungen, Osmiumtetroxid als Katalysator in alkalischen Lösungen 288
Lösungen, Bestimmung von Phenolen neben anderen Verbindungen 56
Lösungsmittel, Bestimmung von Wasser 287; Abtrennung von Wasser 289; Anleitung zur Analyse (THINIUS) 432 [L]
Lösungsmittelgemische, Analyse ternärer Lösungsmittelgemische 286
Luft, Hochfrequenzluminescenzspektrum 46; Wirksamkeit von Absorptionsgefäßen bei der Bestimmung von Verunreinigungen 381; Bestimmung von Methyl- und Äthylquecksilberverbindungen sowie von metallischem Quecksilber 136; von Blei und Tetraäthylblei 137; von Schwefeldioxid 61, 62; von Ozon in Raumluft 271; von Nickel, Nickeltetracarbonyl und seinen Zersetzungsprodukten 137; Bestimmung der monomeren Ester von Acryl- und Methacrylsäure 381; von Xylol 382
Luminescenzspektren, Aufnahme von Hochfrequenzluminescenzspektren 46
Lumisterol, Absorptionsmaximum 166
Lysin, Bestimmung in Proteinhydrolysaten 79

Magnesium, Farbreaktion 275; Einfluß von Polyvinylalkohol auf die colorimetrische Bestimmung mit Titangelb 395; Fällung aus homogener Lösung als Oxinat 203; Bestimmung 285, 293; Bestimmung neben anderen Metallen 222; Abtrennung von Natrium und Kalium 203; von Cadmium 205; von Aluminium, Eisen und Chrom 293; von Aluminium in Gegenwart von Phosphat 293; von Eisen in Gegenwart von Phosphat 293; Bestimmung im Wasser 63; in frischen Crack-Katalysatoren 48; in Silicium 388; in Zirkonium 391; in Zirkoniumoxid 398; in Nickel 367; in Pyrrhotin 144; in Düngemitteln 302; in Pflanzen 150; im klinischen Laboratorium 453; in biologischen Flüssigkeiten 454; in Proben von Harn, Milch oder Blut 231; Einfluß auf die Thoriumbestimmung 418; auf die Vanadiumbestimmung 349; auf die Nickelbestimmung 26; Bestimmung von Kupfer 139; von Calcium in Gegenwart von Magnesium im Wasser 383
Magnesium-Calciumsilicid, Bestimmung von Silicium 36
Magnesiumfluorid, Bestimmung von Sauerstoff 302
Magnesiumoxid, Bestimmung in Hochofenschlacke 302
Magnetkies, Bestimmung der Nebenbestandteile 144
Makronährstoffe, spektrochemische Bestimmung in biologischem Material 149
Maltase, Nachweis 320
Mandelsäure, zur Bestimmung von Scandium neben Seltenen Erden und Thorium 207
Mangan, Farbreaktion 275; Bestimmung mit ÄGTA und Eriochromschwarz T 298; mit Formaldoxim 198; als Oxinat 50; Bestimmung neben anderen Metallen 222; neben Kalium 438; Abtrennung von Cadmium 205; Bestimmung in Silicium 388; in Zirkonium 391; in Zirkoniumoxid 398; in Nickel 367; in Pyrrhotin 144; in Tonen 395; in vergifteten Schwefelsäurekatalysatoren 48; in Düngemitteln 302; in Pflanzen 150; in biologischem Material 236; in biologischen Flüssigkeiten 454; Einfluß auf die Thoriumbestimmung 418
Mangan(II), Titration mit Permanganat 127
Mangandioxyd, Desaktivierung als Oxydationsschicht in Sauerstoffatmosphäre 410
Mangan-Eisen-Silicateinschlüsse, Bestimmung in Puddeleisen 67
Mangan(II)-oxid, Abweichungen der stöchiometrischen Zusammensetzung von Einkristallen 437; Bestimmung in Hochofenschlacke 302
Mangansulfat, Katalysator bei der Oxydation von Oxalsäure mit Permanganat 14
Mannose, Bestimmung 86
Margarine, Nachweis von Sorbinsäure 177; Sorbinsäuregehalt 182
Mechanochemische Reaktionen, mikroanalytischer Nachweis 52

Medikamente, Energieabsorption bei Röntgenstrahlenbehandlung 230
Meeralgen, Bestimmung von Jod 303
Meerkohl, Bestimmung von Fettsäuren im abessinischen Meerkohl 75
Meerrettich, Sorbinsäuregehalt 182
Meerwasser, Bestimmung von Strontium 438; von Jodid und Jodat 137
Mehl, Bestimmung von Harnsäure in befallenem Weizenmehl 60
Menschen, Schnellauswertung der Elektrophoresediagramme von Seren 453; Bestimmung von Aminosäuren im Liquor cerebrospinalis 238; von Polysaccharidhexosen und -hexosaminen in normalem Serum 455
Menthol, Bestimmung in Pfefferminzöl 155
Meprobamat, Identifizierung 159
Mercaptochinolin, Stabilität von Komplexen 51
6-Mercaptopurin, Bestimmung 381
Meßbereichswechsler, in der Gaschromatographie 126
Mesityloxid, Bestimmung 284
Messing, Bestimmung von Aluminium 64
Metallcarbonate, Bestimmung von Carbonat in biologischen Metallcarbonaten 234
Metalle, Reaktionen mit Thioacetamid 127; Bestimmung mit Oxin und Hydroxychinaldin 49; Analyse ternärer Mischungen mit Quecksilber 116; Abtrennung von Gallium 295
Metallfluoride, Bestimmung von Oxyden 301
Metallindicatoren, bei der Bestimmung von Scandium 293
Metallnitride, Bestimmung von Stickstoff 67
Metalloxide, Abweichungen der stöchiometrischen Zusammensetzung von Einkristallen von Metalloxiden 437
Metallsalze, bei der Bestimmung von Gasen, die mit Metallsalzen reversible Additionsverbindungen geben 434
Metanilgelb, Nachweis in Hülsenfrüchten 229
Metaphosphate, Bestimmung 219
Metavanadate, Bestimmung 219
Methacrylsäure, Bestimmung von monomeren Estern in der Luft 381
Methadon, Bestimmung 160
Methan, gasanalytische Bestimmung in Grubengasen 62
Methanol, Bestimmung 284; Analyse in ternären Lösungsmittelgemischen 286; Bestimmung von Wasser 243
Methoxyverbindungen, Lage der C-H-Valenzschwingungen 130
Methyläther von Glucose, Bestimmung 376
Methyläthylketon, Bestimmung 284
Methyläthylphenole, Abtrennung 379
N-Methyl-äthylphenyl-barbiturat, R_f-Wert 441
2-Methyl-4-amino-5-acetaminomethylpyrimidin, Bestimmung 380
2-Methyl-4-amino-5-aminomethylpyrimidinsulfat, Bestimmung 380
2-Methylbutadien-1,3, Bestimmung 284
Methylbutanol, Bestimmung 284
α-Methyl-D,L-cystin, polarographische Analyse 78
3-O-Methylderivate der Hexamethylosen, papierchromatographische Trennung 377
Methyldiboran, Bestimmung in Gemischen 374
Methylenblau, Indicator bei der Komplexometrie 285
Methylenchlorid, Bestimmung 284
Methylester von Fettsäuren, gaschromatographische Untersuchung 133
Methylglykoside, gaschromatographische Trennung methylierter Methylglykoside von Monosacchariden 376
Methylheptanole, Abtrennung 374
N-Methyl-isopropyl-β-bromallyl-barbiturat, R_f-Wert 441
N-Methyl-methyl-cyclohexenyl-thiobarbiturat, R_f-Wert 441
Methylphenol, Abtrennung 379
N-Methyl-β-phenyläthylamin, Bestimmung 451
Methylphenyl-barbiturat, R_f-Wert 441
2-Methyl-1-propanol, Bestimmung von Wasser 244
Methylquecksilberverbindungen, Bestimmung in der Luft 136
Methylthioäthyl-2′-pentyl-thio-barbiturat, R_f-Wert 441
Methylthymolblau, bei der Scandiumbestimmung 293
9-Methyl-2,3,7-trihydroxy-6-fluoron,Reagens zur Bestimmung von Zirkonium 352
Methylviolett, bei der Bestimmung von Mikromengen Bor 206
Mikroanalyse, elektrochemische Methoden der Ultramikroanalyse 435
Mikrobiologische Methoden, in der analytischen Chemie 438
Mikroelementaranalyse, Verbesserung 53; Strömungsmesser für kleine Gasgeschwindigkeiten im Verbrennungsofen 53

Mikrowaagen, Vermeidung von Schwingungen 128
Milch, Bestimmung von Kalium 231; von K, Na, Ca, Mg und P 231; von Lactose 227; Fraktionierung der Proteine mit einem Anionenaustauscher auf Cellulosebasis 227; Nachweis der Antibiotica 228; Bestimmung der Antibiotica 400
Milcherzeugnisse, Bestimmung von Carraghenin 228
Milchfett, Bestimmung 227
Milchproteine, Fraktionierung mit einem Anionenaustauscher auf Cellulosebasis 227
Milchpulver, Bestimmung von Selen 228
Milchsäuredehydrogenaseaktivität, Bestimmung im Serum 464
Mineralien, Bestimmung von Li, Na, K und Rb 393; Abtrennung der Seltenen Erden und des Thoriums 145
Mineralöle, Bestimmung von Spuren V, Fe und Ni 303; von Schwefel 400. — Siehe auch Rohöle
Mischungstemperatur, Mikrobestimmung von Stoffgemischen mit Hilfe der kritischen Mischungstemperatur 52
Mohnkapseln, Bestimmung von Morphin 448
Molekularsieb 5 Å, zur Trennung von H, Ne und He 202
Molekularsiebe, Auftreten von Sekundäreffekten bei Verwendung von Molekularsieben in Vorsäulen 284
Molekularsieb-Säulen in der gaschromatographischen Analyse 283
Molybdän, Anwendung von Mo^{III} zu Redoxtitrationen 51; Farbreaktion 275; Bestimmung als Oxinat 50; als Chinaldat 50; Abtrennung als Sulfid 296; Abtrennung von Thorium 362; Abtrennung aus Natriumwolframat 1; aus Calciumwolframat 2; aus Wolframmetall 2; Bestimmung kleiner Mengen in Wolfram und Wolframverbindungen 1; Bestimmung in Zirkoniumoxid 398; in Düngemitteln 302; Einfluß auf die Thoriumbestimmung 418; auf die Bestimmung von Zirkonium und Hafnium 45; auf die Vanadiumbestimmung 349; auf die Nickelbestimmung 26
Molybdän(III), Reduktionsmittel für oxydierende Stoffe 335
Molybdänometrie, Anwendungen von dreiwertigem Molybdän für Redoxtitrationen 51
Molybdänstähle, Analyse von Bruchstellen 141
Molybdäntrioxyd, Bestimmung der Oberflächenacidität 398
Molybdat, Fällung als Bleimolybdat 219; Einfluß auf die Fällung von Uranylcyanoferrat(II) 210
Monazite, Bestimmung von Seltenen Erden 69
Monoepoxycalciferol, Absorptionsmaximum 166
Monoepoxypräcalciferol, Absorptionsmaximum 166
Monoglyceride, R_f-Werte 312; Bestimmung in Gemischen 376
Mononitronaphthylamine, Verwendung halogensubstituierter Mononitronaphthylamine zum Nachweis von Zinn 364
Mononitrosonaphthole, zum Nachweis von Zinn 364
Monophosphat, Bestimmung neben kondensierten Phosphaten 216
Morphin, Abtrennung 447; Bestimmung in Mohnkapseln 448; in Opium 449
Motoren, Bestimmung von Blei und Tetraäthylblei in Auspuffgasen 137
Murexid, Verwendung als Indicator 288; bei der Scandiumbestimmung 293
Musculus semispinalis cervicis, Bestimmung von Acetylcholin 310
Muskeln, zur Bestimmung von Acetylcholin 310; Bestimmung von Adeninpolyphosphaten im Krötenmuskel 463
Mutterkornalkaloide, chromatographische Untersuchung 49
Myrcen, Analyse im Gemisch mit β-Pinen und Limonen 128
Myricetin, Abtrennung 136
Myricitrosid, Abtrennung 136
Myristinsäure, Bestimmung im Samenöl 76
Myristinsäureallylester, Bestimmung 376

Nabelschnur, Abtrennung von Bestandteilen 455
Nährstoffe, Bestimmung von Makronährstoffen in Pflanzen 149
Nahrungsmittel, Bestimmung von Antibiotica 400. — Siehe auch Lebensmittel
Naphtha, Analyse olefinischer Naphthas 399
Naphthalin, Analyse 368; Bestimmung in Gemischen mit Phenol 378
Naphthalinorange, papierchromatographische Abtrennung 126
1,2-Naphthochinon, Tüpfelnachweis 269
1,2-Naphthochinon-4-sulfonat, zur Bestimmung von Isonicotinsäurehydrazid und N-Acetyl-D-glucosaminylisonicotinsäurehydrazid 158

α-Naphthol, Analyse 368
α-Naphthylamin, Reagens zur Bestimmung von Stickstoffdioxyd in Distickstoffoxyd 382
Naphthylaminsulfonsäuren, zum Nachweis von Zinn(II) 364
Narcein, Abtrennung 447
Narcotin, Abtrennung 447
Naringenin, Bestimmung 154
Naringindihydrat, Bestimmung 154
Natrium, Nachweis in Gegenwart von Schwermetallen 360; Abtrennung 290, 291; Bestimmung in Gegenwart von Lithium und Erdalkalien 291; Abtrennung von Magnesium 203; von Cadmium 205; Bestimmung in Lagermetallen 389; in Gesteinen und Mineralien 393; in vergifteten Schwefelsäurekatalysatoren 48; in Kaliumdichromat 141; in organischen Substanzen 48; in pharmazeutischen Grundstoffen 439; Bestimmung im klinischen Laboratorium 453; in biologischen Flüssigkeiten 454; in Proben von Harn, Milch oder Blut 231; im Harn 233; Einfluß auf die Thoriumbestimmung 418
Natriumarsenit, Bestimmung in vergifteten Schwefelsäurekatalysatoren 48
Natriumbenzoat, Bestimmung 55
Natriumphenylacetat, Bestimmung 55
Natriumsalicylat, Bestimmung 55
Natriumtonmineralien, Bestimmung des Säureäquivalents 69
Natriumwolframat, Abtrennung von Molybdän 1
Nebennierengewebe, Bestimmung von Adrenalin und Noradrenalin 315
Neodym, Farbreaktion 275; Abtrennung durch Ionenaustausch 208
Neon, gaschromatographische Abtrennung 202
Neothoron, zur Bestimmung von Thorium 209
Nervenerkrankungen, Bestimmung von Gesamtprotein und γ-Globulin in der Rückenmarksflüssigkeit 79
Neuraminsäure, Bestimmung in Gehirnlipoiden 454
Neutralisationsäquivalente, von Estern der 3,5-Dinitrobenzoesäure 56
Neutralisationstitrationen, Peroxychromsäure als Indicator 437
Neutralöl, Bestimmung in rohen Pflanzenölen 304
Neutralrot, Indicator bei der Titration von Vanadium(II) mit Eisen(III)-ammoniumsulfat 296
Neutronenaktivierungsanalyse, ohne chemische Operationen 47
Niacin, Bestimmung 157
Nichthydrierte Öle, Bestimmung der Ungesättigtheit 304
Nickel, Farbreaktion 275; Reaktionen zum Nachweis und zur photometrischen Bestimmung kleiner Nickelgehalte 19; Bestimmung 285; spektrographische Lösungstechnik für die Analyse 366; Beeinflussung durch Fe, Cr und Ti bei der Lösungsspektrographie 365; Bestimmung mit Formaldoxim 198; als Oxinat 50; als Chinaldat 50; Trennung von Zink 49; von Cadmium 205; von Selen und Tellur 299; von Tellur 300; Bestimmung in der Luft 137; kleiner Mengen in Lithiummetall oder Lithiumhydrid 384; Bestimmung in metallischem Uran 386; in Silicium 388; in Zirkonium 391; in Zirkoniumoxid 398; in Erzen 301; in Pyrrhotin 144; in Mineralölen 303; in biologischen Flüssigkeiten 454; Einfluß auf die Kupferbestimmung in Stahl 139; auf die Thoriumbestimmung 418; auf die Fällung von Uranylcyanoferrat(II) 210; auf die Bestimmung von Zirkonium und Hafnium 45; auf die Vanadiumbestimmung 349; Bestimmung von Kupfer 139; Nachweis von Palladium neben Ni 299
Nickelcitrat, Abtrennung 357
Nickeleisen, Bestimmung von Eisen 221
Nickel-Eisen-Kupfergemisch, zur Bestimmung von Osmium und Ruthenium in Erzen 394
Nickel(II)-oxid, Abweichungen der stöchiometrischenZusammensetzung 437
Nickeltetracarbonyl, Bestimmung in der Luft 137
Nicotin, Bestimmung in Tabak und Tabakrauchkonzentraten 308
Nicotinsäure, Bestimmung 157
Ninhydrin, Intensität der Aminosäurefärbung mit nicht reduziertem Ninhydrin 77
Niob, Adsorption an einem Anionenaustauscher 284; Bestimmung als Oxinat 50; Abtrennung von Titan 297; von Zirkonium 218; Bestimmung neben Tantal 296; neben Wolfram in Gemischen von Carbiden 142; Bestimmung von Tantalbeimengungen 139
Niob-95, Bestimmung in Pflanzen 74
Niobnitrid, Beständigkeit und Analyse 143

Nitrate, Bestimmung 215; Einfluß auf die Bestimmung von Zirkonium und Hafnium 45
Nitratlösungen, Bestimmung von Bor 144
Nitrocellulose, Bestimmung von Stickstoff 150
Nitron, Bestimmung 443, 444
Nitronaphthaline, zum Nachweis von Zinn 364
Nitronaphthalinderivate, als Reagentien für den Zinnachweis 364
Nitroprussiat, Bestimmung 221
Nitrosoantipyrin, Nachweis 55
Nitrosobenzol, Nachweis 55
p-Nitrosodimethylanilin, Nachweis 55
Nitrosogruppe, komplexe Bindung 296
5-Nitroso-8-hydroxychinolin, Nachweis 55
Nitrosonaphthole, zum Nachweis von Zinn 364; Nachweise 55
p-Nitrosophenol, Nachweis 55
p-Nitrosophenylhydroxylamin, Nachweis 55
Nitrosoverbindungen, Reagens zum Nachweis 55
Nitroverbindungen, Lage der C-H-Valenzschwingungen 130; Bestimmung 215;
NO-Gruppe, komplexe Bindung 296
Noradrenalin, Bestimmung in Nebennierengewebe 315
Novocain, Bestimmung 451
Nuclear Science Series (National Academy of Sciences) 431 [L]
Nucleinsäuren, Bestimmung in pflanzlichen Viren 318; Mikrophosphorbestimmung 319
Nucleoside, Bestimmung 462
Nucleus pulposus, Abtrennung von Bestandteilen 455
Nukleare Technik, automatische Analyse 286
Nystatin, Bestimmung in Futtermitteln 400

Oberflächenacidität, der Oberflächen von Silicaten und Alumosilicaten 71; Bestimmung von Wolfram- und Molybdäntrioxyd 398
Oberflächenbindefilme, spektrochemische Analyse der Oberflächenbindefilme von mikrokristallinen Zinksulfidschichten 396
n-Octan, Bestimmung 125
Octanole, Abtrennung 374
2-Octenal, Bestimmung 132
Öle, (Mineralöle) Bestimmung der Zusammensetzung von Rohölen 398; (Pflanzenöle) Bestimmung der Ungesättigtheit durch Infrarotspektroskopie 304; Bestimmung des Neutralölgehaltes von rohen Pflanzenölen 304
Ölsäure, Ausmessung von Radialpapierchromatogrammen 133; Bestimmung im Samenöl 76
17-β-Oestradiol, Bestimmung 317
Oestradiole, R_f-Wert 460; Bestimmung in Foetalcotyledonen vom Rind 461
Oestriol, R_f-Wert 460; Bestimmung 317
Oestrogene, R_f-Werte 459; Trennung und Bestimmung von drei phenolischen Oestrogenen 317
Oestron, R_f-Wert 460; Bestimmung 317; Bestimmung in Foetalcotyledonen vom Rind 461
Oleandomycin, Bestimmung in Futtermitteln 400
Olefine, Bestimmung an einer Cu^{I}-Chloridsäule 434; an einer Silbersalzsäule 434
Olivenöl, Unterscheidung von raffinierten und nicht raffinierten Olivenölen 59
Opium, elektrophoretische Verteilung der Alkaloide 445; Bestimmung des Morphingehaltes 449
Opiumalkaloide, chromatographische Auftrennung 447; plattenchromatographische Trennung 445; elektrophoretische Untersuchung 445
Orangenmark, Sorbinsäuregehalt 182
Organe, Bestimmung von Kalium 231
Organische Analyse, Elementary Praktical Organic Chemistry. Part III. Quant. Org. Analysis (Vogel) 52 [L]
Organische Basen, Bestimmung in nichtwäßrigen Lösungsmitteln 54
Organische Säuren, Bestimmung von Salzen in Eisessig 54
Organische Verbindungen, Mikroanalyse 367; Konstitutionsbestimmung durch Spektropolarimetrie 282; Aufschluß von stark fetthaltigem organischem Material 231; Wirksamkeit von Verbrennungskatalysatoren zur Kohlenstoff- und Wasserstoffbestimmung in organischen Verbindungen 369; Bestimmung von Deuterium 129, 359; von Tritium 368; radiometrische Analyse tritium-markierter Verbindungen 129; Untersuchung auf Natrium und Arsen 48; Nachweis von Kohlenstoff 368; Bestimmung von Kohlenstoff 369; von C und H 54; Reaktion N-haltiger organischer Verbindungen mit Wismutnitrat in Gegenwart von Kaliumjodid 443; Be-

stimmung von Stickstoff 370; Mikrostickstoffbestimmung 129; Submikrobestimmung von Stickstoff 370; Mikrobestimmung von Sauerstoff 371; Bestimmung von Schwefel 400; von Fluor 371; von Chlor 372; Apparat zur Aufnahme der Pyrolysekurve 438
Organoalkaliverbindungen, Bestimmung 373
Organoquecksilberantiseptica, Bestimmung in biologischem Material 233
Orphemadrin, Bestimmung 160
Orthophosphat, Bestimmung neben kondensierten Phosphaten 216
Oscillopolarographie, Analyse an Silberelektroden 435
Osmium, Extraktion aus Erzen 394
Ouabain, Erkennung 156
Oxalat, zur Wismutbestimmung 217; Titration mit markiertem Silbernitrat 436; Analyse der Gase bei der Zersetzung von Mischoxalaten 284
Oxalsäure, Tieftemperaturoxydation mit Permanganat 12
Oxalyldihydrazid, zur Bestimmung von Kupfer 139
Oxide, Bestimmung in Metallfluoriden 301
Oxidkonzentrate, Bestimmung von Uran 70
Oxin, zur Bestimmung von Metallen 49
Oxinat, Magnesiumfällung als Oxinat aus homogener Lösung 203
Oxydationsmittel, Reduktion mit Molybdän(III) als volumetrischem Reagens 335
Oxydationsreaktionen, Osmiumtetroxydkatalysator bei Oxydationen in alkalischen Lösungen 288
Oxydationsschichten, Desaktivierung in der Sauerstoffatmosphäre 406
Oxytetracyclin, Bestimmung 452; neben Ascorbinsäure 452
Ozon, Bestimmung in Raumluft 271

Palladium, Tüpfelnachweis 298; Bestimmung 394; spektralphotometrische Bestimmung 299, 367; Bestimmung mit Thiosalicylsäure 223; Nachweis neben Cu, Fe, Co und Ni 299; neben Gold 299; neben Platinmetallen, Quecksilber, Chromat, Permanganat und Hexacyanoferrat(III) 298; Abtrennung 28; Trennung von Tellur und Selen 299
Palmitinsäure, Bestimmung im Samenöl 76
Palmitinsäureallylester, Bestimmung 376
Pantocain, Bestimmung 451
Papaverin, Bestimmung 443, 444; Abtrennung 447
Papier, Flammenspektrometer zur Registrierung von Spektren auf Papier 438; Bestimmung von Diphenyl im Einwickelpapier 76
Papierchromatogramme, Auswertung durch Direktphotometrie 84
Papierchromatographie, Aufbringen großer Substanzmengen zur papierchromatographischen Trennung 126; Trennung der Lipoide an mit Kieselsäure imprägniertem Papier 312; Anwendung zum Nachweis von Enzymen 319; Eluiergerät 126
Papierchromatographie und Ionenaustauscher (Daecke) 281 [L]
Pellargonsäureallylester, Bestimmung 376
Penicillin, Bestimmung 451; in Fermentansätzen 452
Penicillium notatum, Nachweis von Enzymen 320
Pentaboran, Bestimmung 68
Pentane, Bestimmung 125
Perchlorate, Bestimmung 365; neben Chlorat 220
Perjodat, Nachweis neben Jodat 220
Permalloy, Bestimmung von Eisen 221
Permanganat, Oxydationsmittel in alkalischen Lösungen 288; zur Antimontitration 127; zur Titration von Mangan(II) 127; zur Bestimmung von Eisen(II) 127; zur Oxydation von Oxalsäure bei tiefen Temperaturen 12; Nachweis von Palladium neben Permanganat 299
Peroxide, Nachweis 297; Bestimmung in Polystyrol-Latex 149
Peroxychromsäure, Indicator bei Neutralisationstitrationen 437
Pethidin, Bestimmung 160
Pfefferminzöl, Bestimmung von freiem Menthol 155
Pflanzen, Bestimmung radioaktiver Spaltprodukte von Atombomben 74
Pflanzenextrakte, Bestimmung von Rutin und Flavanol 154
Pflanzenöle, Bestimmung des Neutralölgehaltes 304
Pflanzenschutzmittel, Bestimmung von Rückständen arsenhaltiger Pflanzenschutzmittel auf Äpfeln 60
Pflanzenteile, Bestimmung von Wasser 287
Pflanzliche Substanzen, Bestimmung von Makronährstoffen 149; von Calcium 75; von Quecksilber 305; von Jod 303

p_H-Werte, Bestimmung in Pufferlösungen 287
Pharmaceutica, UV-Absorptionsspektren der Pharmaceutica mit isolierten Phenylgruppen 160; Bestimmung von Natrium und Kalium 439; von Äthanol 440; Identifizierung von zugelassenen Farbstoffen 152; Bestimmung von Vitamin A 156; von Rutin und Flavanol 154; der Ipecacuanha-Alkaloide 446
Pharmazeutische Flüssigkeiten, Bestimmung von Farbstoffen 152
Phasenanalyse, zur Untersuchung fester Substanzen 437
Phenanthrenchinon, Tüpfelnachweis 269
Phenanthrolin, Bestimmung 443, 444
4,7-Phenanthrolin-5,6-chinon, Tüpfelnachweis 269
Phenanthrolinjodid-Komplex, mit Eisen(II), Löslichkeit in organischen Lösungsmitteln 221
Phenol, Bestimmung von Naphthalin in Gemischen mit Phenol 378
Phenol-Biuret-Reagens, zur Bestimmung von Fibrinogen 312
Phenole, zur Herstellung von Indicatoren 288; gaschromatographische Trennung 379; Abtrennung 379; Bestimmung neben einigen Verbindungen in Lösung 56; Bestimmung kleiner Mengen in Industriewässern 384
Phenolfraktion eines Braunkohlenschwelteeres, Zerlegung durch Destillation und Rundfilterchromatographie 72
1-Phenylalanin, Bestimmung in Caseinhydrolysaten 77
Phenyldichlorsilan, gaschromatographische Analyse 135
Phenylendiamindehydrochloride, polarographische Bestimmung 57
Phenylgruppen, UV-Absorptionsspektren der Pharmaceutica mit isolierten Phenylgruppen 160
Phenylpyridylketoxim, zum Nachweis und zur Bestimmung von Nickel 19; zum Nachweis von Palladium 298
Phenylquecksilberbrenzcatechin, Bestimmung von Saatbeizmitteln auf Phenylquecksilberbrenzcatechinbasis 100
Phenylthiocarbamylderivate, zur Bestimmung von Hexosaminen 314
Phloroglucin, Farbreaktion mit Formaldehyd 55
Phosphat, zur Titration von Blei mit Dithizon als Indicator 213; zur Bestimmung von Wismut 217; Bestimmung von anorganischem Phosphat im klinischen Laboratorium 453; Bestimmung im Harn 234; Einfluß auf die Abtrennung von Erdalkalien und Magnesium von Aluminium 293; auf die Fällung von Uranylcyanoferrat(II) 210; auf die Bestimmung von Zirkonium und Hafnium 45; auf die Abtrennung von Chrom 293; auf die Trennung von Eisen von den Erdalkalien und Magnesium 293
Phosphate, Bestimmung von Orthophosphat neben kondensierten Phosphaten 216
Phosphatidgemische, Trennung 454
Phosphit, Abtrennung von Jodid aus Phosphitlösungen 298
Phospholipide, Bestimmung in Pflanzenölen 304
Phosphopeptide, Trennung aus enzymatischen Caseinhydrolysaten 80
Phosphor, Bestimmung in Kupferlegierungen 385; in Erzen 300; in Zirkoniumoxid 398; in Düngemitteln 302; in Benzin 147; in biologischen Flüssigkeiten 454; in Nucleinsäuren des Blutes 319; in Proben von Harn, Milch oder Blut 231; Einfluß auf die Fluorbestimmung 372
Phosphorsäure, Bestimmung von Silicium 387
Photometrie, Auswertung von Papierchromatogrammen durch Direktphotometrie im UV-Licht 84
Pilocarpinhydrochlorid, Bestimmung 450
β-Pinen, Abtrennung durch Gaschromatographie 380; Analyse im Gemisch mit Limonen und Myrcen 128
Piperazinsulfocyanid, zur Bestimmung von Cadmium 204
Plasma, Bestimmung von Chlorid 235; von Aminosäuren 238; von Fibrinogen 312; von Salicylsäure 316; von Chlorpropamid 309
Platin, Bestimmung 394; spektralphotometrische Bestimmung 299; Abtrennung 28; von Cadmium 205; von Thorium 362; von Selen und Tellur 299; Bestimmung in Silicium 139; in Reformkatalysatoren 48
Platinelektroden, Verwendung der Hochwiderstands-Polarographie an Platinelektroden 435
Platinmetalle, Bestimmung nach Trennung von Tellur 299; Nachweis von Palladium neben Platinmetallen 298

Platinschwamm, Bestimmung von Silber 67
Plutonium, Bestimmung von Silicium 387
Polarisation, optische Polarisation zur Analyse eines Dreikomponentengemisches 128
Polarographie, Hochwiderstandspolarographie an vibrierenden Platinelektroden 435
Polyester, Bestimmung der Ungesättigtheit von ungesättigten Polyestern 56
Polyhydroxyverbindungen, Bestimmung 134
Polymere, Analyse auf Chlor 48
Polysaccharide, Analyse der Methanolyseprodukte 377
Polysaccharidhexosamine, Bestimmung im menschlichen Serum 455
Polysaccharidhexosen, Bestimmung im menschlichen Serum 455
Polystyrol-Latex, Bestimmung von Peroxyden 149
Polysulfidionen, Bestimmung neben Sulfid- und Thiosulfationen 81
Polysulfidschwefel, Bestimmung in Bariumpolysulfiden 151
Polyvinylalkohol, Einfluß auf die colorimetrische Bestimmung von Magnesium im Boden mit Titangelb 395
Potentiometrie, Übersicht 127
Potentiostat, für elektrogravimetrische Analysen 46
Präcalciferol, Absorptionsmaximum 166
Praseodym, Farbreaktion 275; Abtrennung durch fokussierenden Ionenaustausch 47, 208
Prednison, Bestimmung von Selen 428
Prednisonderivate, Bestimmung von Selen 428
Pregnandiol, Bestimmung im Harn 316, 317
Pregnan-3β-ol-20-on, R_f-Wert 460
Pregnantriole, Analyse 460; Bestimmung im Harn 316
5-Pregnen-3β-ol-20-on, R_f-Wert 460
Progesteron, R_f-Wert 460
Prolin, Bestimmung in Essig 225
Propadien, Bestimmung in Crackgasen 398
Propan, Bestimmung 284
Propanol, Bestimmung von Wasser 244
Propan-Propene, gaschromatographische Trennung chlorierter Verbindungen 149
Propin, Bestimmung in Crackgasen 398
Propionaldehyd, Bestimmung 284
Propionsäure, Bestimmung 284
Propylen, Bestimmung 284
2-n-Propyl-pentanol-1, Abtrennung 374
Protein, Bestimmung im klinischen Laboratorium 453; Fraktionierung in der Milch mit Hilfe eines Anionenaustauschers auf Cellulosebasis 227; UV-Spektren der Serumproteine 80; Bestimmung im Serum 238; des Gesamtproteins in der Rückenmarksflüssigkeit 79; Bestimmung von Vitamin B_{12} 311
Proteinhydrolysate, Trennung von Aminosäuren und Zuckern 311; Bestimmung von Lysin 79
Pseudoephedrin, Bestimmung in Ephedra 159
Puddeleisen, Bestimmung von Eisen-Mangan-Silicateinschlüssen 67
Pufferlösungen, Bestimmung von pH-Werten 287
Pulver, Bestimmung von Farbstoffen 152
Purinderivate, chromatographische Untersuchung 49
Purine, Bestimmung 462
Pyridin-2-aldoxim, zum Nachweis und zur Bestimmung von Nickel 19
Pyridin-2,6-diacetoxim, zum Nachweis und zur Bestimmung von Nickel 19
Pyridine, Bestimmung in Erdöl 399; in Teerbasenfraktionen 147
Pyridinhomologe, Bestimmung in Teerbasenfraktionen 147
Pyrimidine, Bestimmung 462
Pyrocalciferol, Absorptionsmaximum 166
Pyrohydrolyse, zum Nachweis von Hexamethylentetramin 420
Pyrolyse, zum Nachweis von Hippursäure 425; von Schleimsäure 423
Pyrolysekurven, Apparat zur Aufnahme von Kurven anorganischer und organischer Stoffe 438
Pyromellithsäuredianhydrid, zur Herstellung von Indicatoren 288
Pyrooxydation, zum Nachweis von Hexamin 421; von Benzoylperoxyd durch Pyrooxydation von Hexamin 422
Pyrosynthese, zum Nachweis von o-Chinonen und Guanidincarbonat 265
Pyrotachysterol, Absorptionsmaximum 166
Pyrrhotin, Bestimmung der Nebenbestandteile 144
Pyrrol, beim Nachweis von Schleimsäure durch Pyrohydrolyse 423

Quecksilber, Farbreaktion 275; Reaktion mit Thioacetamid 127; Bestimmung 285; mit Thioharnstofflösung 385; Abtrennung als Sulfid 296; Abtrennung von Thorium 362; von Titan 363; Bestimmung von metallischem Quecksilber in der Luft 136; in Silber-Kupferlegierungen 385; in pflanzlichem Material 305; Einfluß auf die Thoriumbestimmung 418; auf die Fällung von Zirkonium 214; auf die Vanadiumbestimmung 349; auf die Fluorbestimmung 372; auf die Nickelbestimmung 26; Nachweis von Palladium neben Hg 298
Quecksilber(I),Bestimmung mitCer(IV)-sulfat 360
Quecksilber(II), Analyse in teruären Gemischen mit anderen Metallen 116
Quecksilberacetat-Addukte der Allylurethane, bei der Trennung langkettiger aliphatischer Alkohole 130
Quecksilber-Antiseptica, Bestimmung von Organo-Quecksilber-Antiseptica in biologischem Material 233
Quecksilber(II)-chloridlösungen, für maßanalytische Zwecke 288
Quecksilber(II)-Chrom-Mischungen, Analyse binärer Mischungen 263
Quecksilber(II)-nitrat, für Rücktitrationen in alkalischem Medium 260; Rücktitrationen mit $Hg(NO_3)_2$ in alkalischem Medium 116
Quecksilber-rhodanidkomplexe, Komplexbildungskonstante 51
Quecksilbersulfat, Katalysator bei der Oxydation von Oxalsäure mit Permanganat 14
Quercetagerol, Abtrennung 136
Quercetin, Abtrennung 136
Quercetinsulfonsäure, zur Bestimmung von Thorium 362
Quercitrosid, Abtrennung 136

Raddeamin, Bestimmung 451
Raddeanin, Bestimmung 451
Radioaktive Isotope in der Biochemie (Broda) 230 [L]
Radiochemische Abtrennung, durch Amalgamaustausch 48
Radioisotopen, Trennung von trägerfreien Radioisotopen 285
Radiometrische Titrationen, mit dem Isotop Silber-110 435
Radionuklide, Trennung durch fokussierenden Ionenaustausch 47
Radioschwefel, Bestimmung in biologischem Material 308
Radiostrontium, Bestimmung im Harn 233
Radium, Abtrennung von Blei 360
Radium-228, Abtrennung 286
Radix Ipecacuanhae, Bestimmung des Alkaloidgehaltes 446
Rauhfutter, Bestimmung von Carotin 150
Raumluft, Bestimmung von Ozon 271
Rauwolfia-Alkaloide, plattenchromatographische Trennung 445
Reaktionen, Nachweis mechanochemischer Reaktionen 52
Rechteckwellenelektrophorese, Anwendung und Eigenschaften 46; cyclisch überlagerte Stromstöße 47
Redoxindicatoren, Verwendung von Variaminblausulfat 51
Redoxtitrationen, Verwendung von Molybdän(III) 51
Reduktion, zum Nachweis von Anthrachinon und seinen Derivaten 425
Reduktionsgruppe, papierchromatographische und papierionophoretische Trennung der Elemente der Reduktionsgruppe 28
Reformkatalysatoren, Bestimmung von Aluminium, Platin und Chlor 48
Reineisen, Bestimmung von Stickstoff 67
Rektifikation, Trennung von nahesiedenden Isomeren durch azeotrope Rektifikation 377
Reserpin, Bestimmung 450
Resorcin, zur Herstellung von Indicatoren 288
Rhenium, Abtrennung als Sulfid 296; Abtrennung von Thorium 362; von Arsenat, Tellurit und Tellurat 298
Rhodanid-Quecksilberkomplexe, Komplexbildungskonstante 51
Rhodanidverfahren, zur Molybdänbestimmung 5
Rhodium, spektralphotometrische Bestimmung 299; Bestimmung mit N,N′-Bis(3-dimethylaminopropyl)-dithio-oxamid 367; Abtrennung 28; von Iridium 367
Ribose, Bestimmung 86
Ricinusöl, Bestimmung von Fettsäuren 375
Rind, Bestimmung von Oestrogenen in Foetalcotyledonen 461
Ringverbindungen, Lage der C-H-Valenzschwingungen in aliphatischen Ringverbindungen 130
Rippenknorpel, Abtrennung von Bestandteilen 455
Rivanol, Bestimmung 443

Robinosid, Abtrennung 136
Röntgenstrahlenbiologie, Beziehungen zwischen Dosis und Effekt 230
Roheisen, Bestimmung von Stickstoff 67
Rohöle, Bestimmung der Zusammensetzung 398; der Ungesättigtheit 304
Rohsilber, Bestimmung von Wismut und Blei 138
Roßkastanien, Bestimmung von Flavanol 155
Rotationsdispersion, Messung 282
Rotwein, Bestimmung von Ascorbinsäure 229
Rubidium, Abtrennung 290; von Cadmium 205; Bestimmung in Gesteinen und Mineralien 393; in Kalisalzen 438
Rückenmarksflüssigkeit, Bestimmung von Aminosäuren 238; des Gesamtproteins und des γ-Globulins 79
Ruthenium, spektralphotometrische Bestimmung 401; Extraktion aus Erzen 394
Rutin, Identifizierung in Baumwollsamen 305; Bestimmung in Pflanzenextrakten und pharmazeutischen Präparaten 154
Rutosid, Abtrennung 136

Saatbeizmittel, Analytik von Beizmitteln auf Phenylquecksilberbrenzcatechinbasis 100
Saccharide, Trennung der methylierten Methylglykoside 376
Säulen, Einfluß von Viscosität auf die Menge der stationären Phasen auf die theoretische Bodenzahl gaschromatographischer Säulen 434; Gerät zum Einlaufen von gaschromatographischen Säulen vor der Verwendung 433
Säureäquivalent, Bestimmung in Natriumtonmineralien 69
Säure-Basen-Titration, methodische Fehler 284
Säuren, halbquantitative Bestimmung 374; Nachweis von Alkyl- und Arylestern anorganischer Säuren 375; Bestimmung der flüchtigen Säure im Wein 58
Säurezahl, Bestimmung in Fettsäuren 73
Safranin T, Indicator bei der visuellen Titration von Vanadium(II) 296
Salben, Bestimmung von Calcium und Schwefel 439
Salicylhydroxamsäure, zur Trennung von Niob und Tantal von Zirkonium 218
Salicylsäure, Bestimmung 379; in biologischen Geweben 316
Salpetersäure, Bestimmung von Stickstoff 150
Salze, thermochemische Titrationen in geschmolzenen Salzen 436
Salzsäure-Furfurol-Probe, bei der Analyse von Fettsäuren 74
Samarium, Abtrennung durch Ionenaustausch 208; Bestimmung von Seltenen Erden in Samarium 208
Samenöl, Bestimmung von Fettsäuren im Samenöl des abbessinischen Meerkohles 75
Sand, Bestimmung von Calcium 394
Santonin, Bestimmung 451
Saponate, Bestimmung kleiner Mengen anionaktiver Saponate 306
Sauerkirschsaft, Sorbinsäuregehalt 182
Sauerstoff, Hochfrequenzluminescenzspektrum 46; Bestimmung in Gasen 382; in metallischem Beryllium 64; in Metallfluoriden 302; in organischen Verbindungen 367; direkte Mikrobestimmung in organischen Verbindungen 371; Bestimmung in Vinylacetat 149; Apparatur zur Registrierung kleiner Mengen 62
Sauerstoffatmosphäre, Desaktivierung von Oxydationsschichten in der Sauerstoffatmosphäre 406
Scandium, Farbreaktion 275; N-Benzoylphenylhydroxylamin als Fällungsmittel 294; Bestimmung 293; Abtrennung aus Gemischen 208; Bestimmung neben Seltenen Erden und Thorium 207; neben Thorium 293; spektrochemische Bestimmung in Erzen 393
Schafgarbe, Bestimmung von Azulenbildnern 157
Schlacken, Analyse 142; von Hochofenschlacke 302; Bestimmung von Eisen in Titanschlacken 142
Schlackenkugeln, Bestimmung in verschiedenen Eisenwerkstoffen 67
Schleimsäure, Nachweis durch pyrohydrolytische Bildung von Pyrrol 423; Bestimmung 134
Schwefel, Bestimmung im Stahl 66; in Koksen und Kohlen 147; des Polysulfidschwefels in Bariumpolysulfiden 151; Bestimmung in Mineralölen und organischen Feststoffen 400; in Salben, Streupulvern und Einreibungen 439; Bestimmung von Radioschwefel in biologischem Material 308
Schwefel-35, Absolutbestimmung im Proportionalzählrohr 218; Bestimmung mit Hilfe der $4\pi\beta$-Methode 219; Bestimmung in Blut und Gewebe 233

Schwefeldichlorid, zum Aufschluß von oxydischen Mineralien 145
Schwefeldioxid, Verwendung bei der Bestimmung von Fluor in Gasgemischen 220; Hochfrequenzlumineszenzspektrum 46; Absorption bei der Mikroelementaranalyse 53; Bestimmung in der Luft 61, 62
Schwefelhaltige Verbindungen, Nachweis 379
Schwefelpulver, zum Nachweis von Eisenpulver 52; Untersuchung durch Verreiben mit Alkalicyaniden 52
Schwefelsäure, halbquantitative Bestimmung 219; Bestimmung von Blei 144
Schwefelsäurekatalysatoren, Bestimmung von Natriumarsenit in vergifteten Katalysatoren 48
Schweflige Säure, Bestimmung im Wein 321
Schwermetalle, Nachweis von Natrium neben Schwermetallen 360
Scillaren, Erkennung 155
Scopolamin, Bestimmung 160
Secosteroide, Papierchromatographie 461
Selen, Abtrennung 28, 299; von Cadmium 205; von Thorium 362; von Titan 362; Bestimmung von Se^{IV} und Se^{VI} in Tellursäure 72; von Spuren in Tellur 65; Bestimmung in Milchpulver 228; in Prednison und seinen Derivaten 428
Selenit, Abtrennung von Jodid aus Selenitlösungen 298
Seltene Erden, Trennung der leichten Seltenen Erden durch Ionenaustausch 208; Abtrennung aus oxidischen Mineralien 145; Abtrennung von Cadmium 205; Bestimmung in Samarium und Europium 208; in Monaziten und Cerverbindungen 69; Bestimmung von Calcium in Salzen Seltener Erden 438; von Scandium neben Seltenen Erden 207
Senf, Sorbinsäuregehalt 182
Serum, Schnellauswertung der Elektrophoresediagramme menschlicher Seren 453; Bestimmung von Kupfer 231; Erfahrungen mit der Serumeisen- und Serumkupfersimultanbestimmung 237; Bestimmung von Aminosäuren 238; von Glucose 239; von Lactose 227; von Polysaccharidhexosen und -hexosaminen in normalem menschlichem Serum 455; von Proteinen 238; Analyse der Albumine 311; Bestimmung von Harnsäure 463; des Cholesterins 456, 457; von Vitamin B_{12} in den Proteinen 311; von freiem Thyroxin in Serum 455; Bestimmung der Milchsäuredehydrogenaseaktivität 464
Serumalbumin, turbidimetrische Analyse 311
Serumproteine, UV-Spektren 80; Bestimmung 238; Bestimmung von Cholesterin 457
Silber, zur Titration von Cyanid und Chlorid 127; Reaktion mit Thioacetamid 127; Bestimmung 51; mit Halogeniden 289; mit ÄDTA 288; Bestimmung mit Kupferthiuramat 292; mit Thioharnstofflösung 385; Bestimmung neben Kupfer 289; Bestimmung in Abwässern 383; in Silber-Kupferlegierungen 385; in Silicium 139; in Zirkonium 391; in Platinschwamm 67; in biologischen Flüssigkeiten 454; Einfluß auf die Thoriumbestimmung 418; Bestimmung von Wismut und Blei in Rohsilber 138; von Wismut und Blei in Elektrolytsilber 138
Silber-110, für radiometrische Titrationen 435
Silberchlorid, Keimbildung und Fällung aus homogener Lösung 202; kinetische Untersuchung der Fällung aus homogener Lösung 202
Silberdithizonat, Extraktion 203
Silberelektrode, oscillopolarographisches Schema der Analyse 435
Silber-Kupferlegierungen, Bestimmung von Silber und Quecksilber 385
Silbernitrat, Bestimmung von Chlorid mit geschmolzenem Silbernitrat 436; Verwendung zur Bestimmung von Kaliumhexacyanoferrat(II) 365; Katalysator bei der Oxydation von Oxalsäure mit Permanganat 14
Silbernitratlösung, zur Bestimmung von Jodat und Titereinstellung der markierten Silbernitratlösung mit Standard-KJO_3-Lösung 436
Silbersalzsäule, zur Bestimmung von Olefinen 434
Silicate, Acidität der Oberfläche 71
Silicat-Eisen-Manganeinschlüsse, Bestimmung in Puddeleisen 67
Silicium, Bestimmung hoher Gehalte in Legierungen 34; kleiner Mengen in Lithiummetall oder Lithiumhydrid 384; Bestimmung in Plutonium und anderen Metallen 387; in der Benzollösung von Siliciumtetrachlorid 396; in Nickel 367; in Pflanzen 150; in

biologischen Flüssigkeiten 454; spektralanalytische Untersuchung von Silicium hoher Reinheit 388; Bestimmung von Verunreinigungen in chemisch reinem Silicium 139; von Jod 388
Siliciumdioxid, Bestimmung in Erzen 301
Siliciumtetrachlorid, Bestimmung von Chlor und Silicium 396
Sintermetallegierungen, Bestimmung von Gesamtkohlenstoff und freiem Kohlenstoff 390
Sirupus ferri chlorati, Bestimmung von zwei- und dreiwertigem Eisen 440
Sirupus ferri jodati, Bestimmung von zwei- und dreiwertigem Eisen 440
Sirupus Ipecacuanhae, Bestimmung des Alkaloidgehaltes 447
Sojabohnenöl, Bestimmung des Neutralölgehaltes 304
Sojabohnenphosphatide, Trennung 454
Solochromschwarz 6 BN, Indicator bei der Titration von Zr und Hf 42
Solochromviolett RS, als colorimetrisches Reagens 345; Säure-Base-Eigenschaften 184
Solvayblau, papierchromatographische Abtrennung 126
Sonnenblumenölfettsäuren, Trennung mittels Harnstoffeinschlußverbindungen 226
Sophora japonica, Bestimmung von Flavanol 155
Sorbinsäure, zur Stabilisierung von Stärkelösung bei der Amylasebestimmung 320; Gehalt der Lebensmittel an Sorbinsäure 182; spezifische colorimetrische Bestimmung 173; Nachweis in Margarine 177
Spaltprodukte von Atombomben, Bestimmung in Pflanzen 74
Spartein, Bestimmung 443, 444
Spektralanalyse, Anwendung in Laboratorien von Eisengießereien 67, 392; chemische Spektralanalyse (Rollwagen) 280 [L]
Spektralphotometer, Zusatzgerät Modell D zum Beckman-DU-Spektralphotometer 289
Spektralphotometrie, Anordnung zur Absorptions-Spektralphotometrie von Proben geringer Transparenz 124; Symposium über Probleme (Kienle) 280 [L]
Spektropolarimetrie 282
Spinat, Bestimmung von Ascorbinsäure 229
Spot Tests, Beiträge zur organischen Analyse durch Spot Tests 419
Spurenelemente, Bestimmung in Düngemitteln 302; im Blut, Blutserum und Erythrocyten gesunder und verbrennungsgeschädigter Individuen 454
Square-wave-Elektrolyse, Anwendung und Eigenschaften 46
Stärke, Nachweis oxydierter Stärke 226
Stärkelösung, mit Sorbinsäure stabilisierte Stärkelösung zur Bestimmung von Amylase 320
Stahl, Analyse unter Anwendung der Spektralanalyse 392; Analyse von Bruchstellen von Molybdänstählen 141; Bestimmung von Kupfer 139; von Bor in niedriglegiertem Stahl 392; Bestimmung geringer Aluminiumgehalte 392; von Kohlenstoff und Schwefel 66; von Silicium 387; von Stickstoff in legierten und unlegierten Stählen 67; von Arsen 141
Stallwood Jet, zur Bestimmung von Li, Na, K und Rb in Gesteinen und Mineralien 393
Stearinsäureallylester, Bestimmung 376
Steinsalz, Bestimmung von Lithium 438
Steride, R_f-Wert 312
Steroide, Konstitutionsermittlung 282; Farbreaktionen 459; Tüpfelproben von Farbreaktionsprodukten 459; papierchromatographische Trennung 459; Trennung auf Glaspapier 460; R_f-Werte von Steroiden der Pregnantriolgruppe 460
Steroidhormone, Bestimmung 461
Stickstoff, Hochfrequenzluminescenzspektrum 46; Bestimmung im Stahl Roheisen und Ferrolegierungen 67; in Düngemitteln 302; Bestimmung nach Dumas mit Kohlendioxyd-Druckregulator 129; statistische Bewertung der Kjeldahl-Bestimmungsmethode 371; Bestimmung in organischen Verbindungen 129, 367; Mikrobestimmung in organischen Verbindungen 370; Submikrobestimmung von tertiärem Stickstoff in organischen Verbindungen 370; argentometrische Bestimmung von organisch gebundenem Stickstoff 215; Bestimmung in flüchtigen Substanzen 370; in Nitrocellulose und Salpetersäure 150
Stickstoffdioxyd, Bestimmung in Gasen 382
Stickstoffhaltige organische Verbindungen, Reaktion mit Wismutnitrat in Gegenwart von Kaliumjodid 443
Stickstoffmonoxid, Bestimmung an einer Eisen(II)-salzsäule 434

Stilbazo, als metallochromer Indicator 274
Streptomycin, Bestimmung in Futtermitteln 400; in Fermentansätzen 452
Streupulver, Bestimmung von Calcium und Schwefel 439
Stromstöße, cyclisch überlagerte Stromstöße bei der Rechteckwellenelektrolyse 47
Strontium, Farbreaktion 275; radiochemische Abtrennung durch Amalgamaustausch 48; Abtrennung von Cadmium 205; von Blei 360; Bestimmung in Meerwasser 438; in Erdalkalioxydkathoden 71; in biologischen Flüssigkeiten 454; von Radiostrontium im Harn 233; Einfluß auf die Thoriumbestimmung 418; auf die Nickelbestimmung 26
Strontium-90, Abtrennung 286; durch fokussierenden Ionenaustausch 47
Strontiumsalze, Bestimmung von Calcium 438
Strophanthidin, Erkennung 156
Strophanthidin-3-acetat, Erkennung 156
Strophanthidinsäure, Erkennung 156
Strophanthidol, Erkennung 156
Strophantin, Erkennung 155
Strychnin, Bestimmung 443, 444
Strychnos, elektrophoretische Verteilung der Alkaloide 445
Sudsalz, Bestimmung von Lithium 438
Sulfanilsäure, Reagens zur Bestimmung von Stickstoffdioxyd in Distickstoffoxyd 382
Sulfat, kompexometrische Bestimmung 204; Bestimmung kleiner Mengen 297; Bestimmung im Wasser 384; Einfluß auf die Fällung von Uranylcyanoferrat(II) 210; auf die Bestimmung von Zirkonium und Hafnium 45
Sulfathiazol, Titration mit markiertem Silbernitrat 436
Sulfid, Bestimmung mit Quecksilber(II)-chlorid 288
Sulfide, Trennung mit Hilfe des Natriumsulfidreagenses 296
Sulfidionen, Bestimmung neben Polysulfid- und Thiosulfationen 81
Sulfodichlorohydroxy-dimethylfuchsondicarboxylsäure, Indicator bei der Bestimmung von Thorium 415
Sulfonamide, Titration mit markiertem Silbernitrat 436
Sulfosalicylsäure, zur Bestimmung von Eisen(III) mit ÄGTA 298
Suprasterol I, Absorptionsmaximum 166
Symposium über Probleme der Spektralphotometrie (Kienle) 280 [L]
Syntapone, Bestimmung 306

Tabak, Bestimmung von Nicotin 308
Tabakrauchkonzentrate, Bestimmung von Nicotin 308
Tabletten, Bestimmung von Farbstoffen 152; von Apomorphin 449; von Äthinyloestradiol 461
Tachysterol, Absorptionsmaximum 166
Talazol, Titration mit markiertem Silbernitrat 436
Tantal, Adsorption an einem Anionenaustauscher 284; Abtrennung von Titan 297; von Zirkonium 218; Bestimmung in Zirkonium, Hafnium und Niob 139; neben Wolfram in Gemischen von Carbiden 142; Bestimmung von Niob neben Tantal 296
Tantalnitrid, Beständigkeit und Analyse 143
Tartrat, Einfluß auf die Thoriumbestimmung 418
Teer, Zerlegung der Phenolfraktion eines Braunkohlenschwelteers durch Rundfilterchromatographie und Destillation 72
Teerbasenfraktionen, Bestimmung von Pyridin 147
Tellur, Abtrennung 28, 299; vor der Bestimmung von Bunt- und Platinmetallen 299; Trennung aus einem Gemisch von Kupfer, Nickel, Eisen und Blei 300; Abtrennung von Thorium 362; von Titan 362; Einfluß auf die Nickelbestimmung 26; Bestimmung von Spuren Selen 65
Tellurat, Abtrennung von Jodid aus Telluratlösungen 298; von Rhenium 298; Einfluß auf die Katalysatorwirkung von Osmiumtetroxyd 288
Tellurit, Abtrennung von Jodid aus Telluritlösungen 298; von Rhenium 298; Einfluß auf die Katalysatorwirkung von Osmiumtetroxyd 288
Tellursäure, Bestimmung von Se^{IV} und Se^{VI} 72
Terephthalsäure, Abtrennung 57
Terpene, Gaschromatographie sauerstoffhaltiger Terpene 379
Terpengemische, Gaschromatogramm 125
Tetraäthylblei, Bestimmung in der Luft 137; in Auspuffgasen 137
Tetrachlorbenzole, Analyse eines Isomerengemisches 378

Tetracyclin, Bestimmung von Chlortetracyclin und Bromtetracyclin 305; von Oxytetracyclin neben Tetracyclin 452
Tetrahydrocannabinol, Identifizierung 153
N,N′-Tetramethyldiaminodiphenylmethan, zur Bestimmung von Jod im Wasser 63
Tetramethyldiaminodiphenylmethan und Jodlösung, zur Bestimmung von Schwefeldioxyd in der Luft 62
Tetraphenyloborat, Reaktion mit Alkaloiden und stickstoffhaltigen Basen 444
Thallium, Farbreaktion 275; Bestimmung als Oxinat 50; als Chinaldat 50; papierchromatographische Abtrennung 206; radiochemische Abtrennung durch Amalgamaustausch 48; Bestimmung in Silicium 388; Einfluß auf die Vanadiumbestimmung 349; Bestimmung von Blei und Zink 138
Thebain, Abtrennung 447
Thenoyltrifluoroaceton, zur Extraktion von Thorium 209; zur Bestimmung von Eisen 298
Therapie durch Röntgenstrahlen, Beziehung zwischen Dosis und Effekt 230
Thermochemische Titrationen, in geschmolzenen Salzen 435
Thermostabilität, Bestimmung von leicht flüchtigen Explosivstoffen 150
Thiamin, Bestimmung von Zwischenprodukten bei der Thiaminsynthese 380
Thiazinfarbstoffe, photochemische Reduktion durch freies ÄDTA 285
Thioacetamid, Reaktion mit einigen Metallen 127; reaktionskinetische Untersuchung der Fällung von Zink als Sulfid mit Thioacetamid 49
Thioäpfelsäure, zur Bestimmung von Zirkonium 213; Nachweis 379
Thiobarbitursäure, Nachweis 379
Thiobenzoesäure, Nachweis 379
Thiocyanat-Quecksilberkomplexe, Komplexbildungskonstante 51
Thiocyanatverfahren, zur Molybdänbestimmung 5
Thioessigsäure, Nachweis 379
Thioglycerin, Nachweis 379
Thioharnstoff, Nachweis 379
Thioharnstofflösung, zur Bestimmung von Silber und Quecksilber 385
2,3-Thionaphthol-2′,3′-chinolin, Bestimmung in Erdöldestillaten 399
Thionin, Indicator bei der Komplexometrie 285
Thiophenol, Nachweis 379
Thiosalicylsäure, zur Bestimmung von Palladium 223; Nachweis 379
Thiosulfat, Titration mit Jod 127; Bestimmung neben Sulfid- und Polysulfidionen 81; Bestimmung in photographischer Gelatine 307
Thorium, Farbreaktion 275; Extraktion mit Thenoyltrifluoroaceton 209; komplexometrische Bestimmung 415; mit Stilbazo als Indicator 276; Bestimmung mit Kaliumcyanoferrat(II) 362; als Oxinat 50; mit Quercetinsulfonsäure 362; mit Neothoron 209; Abtrennung von Elementen, die Thiosalze bilden 362; von Cadmium 205; von Blei-212 295; Bestimmung in Wolframmetall oder -legierungen 391; Abtrennung aus oxidischen Mineralien 145; Einfluß auf die Fällung von Uranylcyanoferrat(II) 210; auf die Fällung von Zirkonium 214; auf die Bestimmung von Zirkonium und Hafnium 45; auf die Vanadiumbestimmung 349; Bestimmung von Indium 386; von Scandium neben Thorium 207, 293
Thorium-Chrom-Mischungen, Analyse binärer Mischungen 263
Thoriumsalze, Bestimmung von Indium 386
Thrombin, bei der Bestimmung von Fibrinogen 312
Thyroxin, Bestimmung von freiem Thyroxin im Serum 455
Tiere, Bestimmung der Antibiotica in Tieren, die antibiotica-haltige Futtermittel erhalten haben 400
Tiergewebe, Bestimmung der freien Aminosäuren 77
Tinctura Ipecacuanhae, Bestimmung der Gesamtalkaloide 447
Tinkturen, Verteilung der Alkaloide 445
Titan, Farbreaktion 275; Adsorption an einem Anionenaustauscher 284; Identifizierung 390; Bestimmung als Oxinat 50; als Chinaldat 50; Abtrennung von Elementen, die Thiosalze bilden 362; von Cadmium 205; von Niob und Tantal 297; Bestimmung in natürlichen Wässern 39; in Zirkonium 391; in Nickel 367; in Pyrrhotin 144; neben Wolfram in Gemischen von Carbiden 142; Bestimmung in biologischen Flüssigkeiten 454; Einfluß auf die Thoriumbestimmung 418; auf die Bestimmung von Zirkonium und Hafnium

45; Beeinflussung durch Fe, Ni und Cr bei der Lösungsspektrographie 365; Bestimmung von Kupfer 139
Titan(III), zur Eisenbestimmung 127
Titancarbide, Bestimmung von Gesamtkohlenstoff und freiem Kohlenstoff 390
Titandioxid, Bestimmung in Erzen 300; in Hochofenschlacke 302
Titangelb, Einfluß von Polyvinylalkohol auf die Bestimmung von Magnesium mit Titangelb 395
Titanlegierungen, Identifizierung 390; Unterscheidung von Zirkoniumlegierungen 390
Titannitrid, Beständigkeit und Analyse 143
Titan-Phosphorsäurereagens, bei der Bestimmung von Sulfat nach Reduktion zum Sulfid 297
Titanschlacken, Bestimmung von Eisen 142
Titantetrachlorid, Bestimmung von C und H 397
Titrationen, Peroxydchromsäure als Neutralisationsindicator 437
Toluol, Bestimmung 284; Analyse in ternären Lösungsmittelgemischen 286; Bestimmung in Rohöl 399
Ton, Bestimmung von Mangan 395
Tonmineralien, Bestimmung des Säureäquivalents von Natriumtonmineralen 69
Toxisterol, Absorptionsmaximum 166
Transaminase, Nachweis 320
Transformatorenbleche, Bestimmung von Einschlüssen 67
Transparenz, Meßanordnung zur Absorption-Spektralphotometrie von Proben geringer Transparenz 124
Trennungen, Trennung von Lösungsmittel und Wasser bei extraktiven Trennungen 289
Triammoniumtetrathiocyanato-argentat zur Bestimmung von Eisen 71
Tribolium Castaneum Duv., Bestimmung von Harnsäure in von Tribolium Castaneum Duv. befallenem Weizenmehl 60
Trichlorbenzole, Analyse eines Isomerengemisches 378
Triglyceride, Bestimmung in Gemischen 376
3α-17α-20β-Trihydroxy-5β-pregnan, Bestimmung 460
3β-17α-20β-Trihydroxy-5-pregnen, Analyse 460
Trimethylboran, Bestimmung in Gemischen 374
2,2,3-Trimethylbutan, Bestimmung in Rohölen 399
3,5,5-Trimethyl-2-cyclohexan-1-on, Bestimmung des Komplexes mit Eisenkomplexen 221
2,2,4-Trimethylpentan, Bestimmung in Rohölen 399
Trimethylpentanole, Abtrennung 374
Trinkwasser, Bestimmung von Jod 63
Trioxyfluoronderivate, zur Bestimmung von Germanium 211
Triphenylarsin, Nachweis 422
Triphenylbismuthin, Nachweis 422
Triphenylphosphin, Nachweis 422
Triphenylstibin, Nachweis 422
2,4,6-Tripyridyl-s-triazin, zur Bestimmung von Eisen in Wein 223
Tritium, Bestimmung in Kohlenwasserstoffen 368; Bestimmung in Blut und Gewebe 233
Tritium-markierte organische Verbindungen, radiometrische Analyse 129
Trockengrünfutter, Bestimmung von Carotin 150
Tryptophan, vereinfachtes Verfahren zur Bestimmung 78; Bestimmung von Phenol neben Tryptophan 56
Tüpfelanalyse, Beiträge zur organischen Tüpfelanalyse 419
Tyrode, zur Bestimmung von Histamin in Lebensmitteln 229
Tyrosin, Bestimmung von Phenol neben Tyrosin 56

Übergangskoeffizienten, bei der Rechteckwellenelektrolyse 46
Ultramikroanalyse, elektrochemische Methoden 435
Ultramikromethoden, im klinischen Laboratorium 453
Undecylsäureallylester, Bestimmung 376
Ungesättigtheit, Bestimmung in ungesättigten Polyestern 56; Bestimmung in Ölen durch Infrarotspektroskopie 304
Unithiol, bei der Bestimmung von Calcium und Magnesium 293
Uran, amperometrische Titration mit Ammoniumvanadatlösung 209; Bestimmung als Oxinat 50; Abtrennung von Begleitmetallen 210; von Cadmium 205; Bestimmung in hochgradigen Erzen und Oxidkonzentraten 70; Einfluß auf die Thoriumbestimmung 418; auf die Bestimmung von Zirkonium und Hafnium 45; Bestimmung von Kupfer 139; von Aluminium 386; von Indium 386; von Eisen, Nickel und Kupfer 386

Uran-235, Bestimmung des Anreicherungsgrades 363
Uranlegierungen, Bestimmung von Silicium 387
Uransalze, Bestimmung von Indium 386
Uranverbindungen, polarographische Untersuchungen in Carbonat- und Hydrogencarbonatlösungen 210
Uranylcyanoferrat(II), Einfluß einiger Ionen auf die Fällung 210
Uranylnitratlösung, Bestimmung von Bor 144
Urin, Bestimmung von Aminosäuren 238; von ε-Aminocapronsäure 311; von Harnsäure 462. — Siehe auch Harn
Urotropin, Bestimmung von Formaldehyd 307

Vanadat, zur Bestimmung von Eisen(II) 127; Reduktion mit Molybdän(III) 336
Vanadium, Mikrobestimmung mit Solochromviolett RS als colorimetrischem Reagens 345; Bestimmung mit Benzhydroxamsäure 433; als Oxinat 50; als Chinaldat 50; Abtrennung von Cadmium 205; Bestimmung in Zirkonium 391; in Zirkoniumoxid 398; in Erzen 300; in Mineralölen 303; in biologischen Flüssigkeiten 454; Einfluß auf die Thoriumbestimmung 418; auf die Bestimmung von Titandioxyd 300; auf die Bestimmung von Zirkonium und Hafnium 45; auf die Nickelbestimmung 26
Vanadium(II), Titration mit Eisen(III)-ammoniumsulfat 296
Vanadyl, Farbreaktion 275
Variaminblau, Indicator bei der Bestimmung von Ammoniak, Ammoniumion und organisch gebundenem Stickstoff 215
Variaminblausulfat, als Redoxindicator 51
Veratrum-Alkaloide, Bestimmung von Estern 446
Verbindungen, Gaschromatogramm labiler Verbindungen 125
Verbrennung, katalytische Verbrennung als Detektionsmethode in der Gaschromatographie 125
Verbrennungen, Bestimmung von Spurenelementen in Blut, Blutserum und Erythrocyten verbrennungsgeschädigter Individuen 454
Verbrennungsapparate, Strömungsmesser für kleine Gasgeschwindigkeiten 53
Verreibemethode, Anwendungen 52; in der Analyse fester Substanzen 436
Verunreinigungen, Bestimmung in chemisch reinem Silicium 139; in Zirkonium 391
Vinifera-Reben, Nachweis von Hybridenwein in Wein aus Vinifera-Reben 224
Vinylacetat, Bestimmung von gelöstem Sauerstoff 149
Viren, Bestimmung von Nucleinsäuren in pflanzlichen Viren 318
Viscosimetrie, Beeinflussung durch kinetische Energie 128
Vitamin A, Bestimmung in pharmazeutischen Präparaten 156
Vitamin B_{12}, Bestimmung in Serumproteinen 311
Vitamin D, Bestimmung 161
Vitamin D_2 und D_3, Absorptionsmaxima 166
Vitamine, Beobachtungen bei den Bestimmungen 161
Voludeprimator, zur Volumenmessung von Gasen 289

Wachse, Analyse (Kaufmann) 281 [L]
Wachsindustrie, einheitliche Untersuchungsmethoden 304
Wägecapillare, für flüchtige Substanzen zur C-, H- und N-Bestimmung 370
Wärmeleitfähigkeitszellen, Empfindlichkeit in der Gaschromatographie 434; Genauigkeit in der Gaschromatographie bei der Verwendung von Wärmeleitfähigkeitszellen 283
Wasser, Nachweis und Bestimmung kleiner Mengen 287; Abtrennung von leichteren Lösungsmitteln 289; Bestimmung in aliphatischen Alkoholen und Ketonen 241; in organischen Lösungsmitteln, Pflanzenteilen und Bodenproben 287; Analyse in ternären Lösungsmittelgemischen 286; Analyse auf aktiven Wasserstoff 373; Bestimmung von Deuterium 63, 359; von Natrium und Kalium 291; von Calcium neben Magnesium 63, 383; von Strontium in Meerwasser 438; Methode zur Titanbestimmung in natürlichen Wässern 39; Bestimmung von Jodid im Trinkwasser 63; von Jodid und Jodat in Meerwasser 137; kleiner Phenolmengen in Industriewässern 384; Mikrobestimmung von Sulfat 384. — Siehe auch Abwasser
Wasser-Acrylnitril-Äthanol, Untersuchung des Gemisches 52
Wasser-Äthylencyanid-Äthanol, Untersuchung des Gemisches 52

Wasser-Essigsäure-prim.-n-Butanol, Untersuchung des Gemisches 52
Wasser-Essigsäure-Isoamylalkohol, Untersuchung des Gemisches 52
Wasserstoff, Wirksamkeit von Verbrennungskatalysatoren bei der Bestimmung von H in organischen Verbindungen 369; gaschromatographische Abtrennung 202; Bestimmung in Titantetrachlorid 397; in organischen Verbindungen 54, 367; in flüchtigen Substanzen 370; Analyse von Verbindungen, die aktiven Wasserstoff enthalten, mit Lithium-Aluminiumnitrid 372
Wasserstoff-Kohlenstoff-Valenzschwingungen, in der IR-Spektroskopie 130
Wein, Erfahrungen mit der Rebelein-Methode zum Nachweis reiner und gezuckerter Weine 225; Bestimmung der flüchtigen Säure 58; von schwefliger Säure 321; von Eisen 223; von l-Ascorbinsäure 330
Weizenmehl, Bestimmung von Harnsäure in befallenem Weizenmehl 60
Wismut, Farbreaktion 275; papierchromatographische Untersuchung salpetersaurer Wismutlösungen 217; radiochemische Bestimmung durch Amalgamaustausch 48; komplexometrische Bestimmung mit Stilbazo als Indicator 276; Bestimmung mit Dimethylglyoxim 216; als Oxalat 217; Fällung als Phosphat, Arsenat oder Oxalat 217; Bestimmung in Rohsilber 138; in Elektrolytsilber 138; in Silicium 388; in raffiniertem Blei 65; in Gegenwart von Blei 364; in Zirkonium 391; in Zirkoniumoxid 398; in biologischen Flüssigkeiten 454; Einfluß auf die Thoriumbestimmung 418; auf die Fällung von Zirkonium 213; auf die Bestimmung von Zirkonium und Hafnium 45; auf die Vanadiumbestimmung 349; auf die Nickelbestimmung 26
Wismut-Chrom-Mischungen, Analyse binärer Mischungen 263
Wismutnitrat, Reaktion mit N-haltigen organischen Verbindungen besonders mit Alkaloiden 443
Wolfram, Farbreaktion 275; Adsorption an einem Anionenaustauscher 284; Bestimmung als Oxinat 50; Bestimmung neben Titan, Tantal und Niob in Gemischen von Carbiden 142; Bestimmung in biologischen Flüssigkeiten 454; Einfluß auf die Thoriumbestimmung 418; auf die Vanadiumbestimmung 349; Bestimmung von Zr, Hf und Th in Wolframmetall 391; kleiner Molybdängehalte 1
Wolframlegierungen, Bestimmung von Zr, Hf und Th in Wolframlegierungen 391
Wolframmetall, Abtrennung von Molybdän 2
Wolframoxyd, Bestimmung der Oberflächenacidität 398
Wolframverbindungen, Bestimmung kleiner Molybdängehalte 1

Xanthotoxin, Bestimmung 157
Xylenolorange, Indicator bei komplexometrischen Titrationen 127; bei der Scandiumbestimmung 293; zur Bestimmung von Hafnium 214; zur Bestimmung von Eisen 221
Xylol, Trennung von m- und p-Xylol 136; Bestimmung von m-Xylol 284; Bestimmung in der Luft 382
Xylole, Trennung von nahesiedenden Isomeren durch azeotrope Rektifikation 377
Xylose, Bestimmung 86

Yttrium, Farbreaktion 275; Abtrennung aus Gemischen 208; Abtrennung von Cadmium 205; Einfluß auf die Vanadiumbestimmung 349
Yttrium-90, Abtrennung durch fokussierenden Ionenaustausch 47
Yttriumfluorid, Bestimmung von Sauerstoff 302

Zementit, Bestimmung in Eisenkoks 71
Zink, Farbreaktion 275; reaktionskinetische Untersuchung über die Fällung als Sulfid durch Thioacetamid 49; Bestimmung 285; fällungschromatographische Bestimmung 204; radiochemische Abtrennung durch Amalgamaustausch 48; Abtrennung von Cadmium 205; Abtrennung kleiner Galliummengen 294; Trennung von Blei und Nickel 49; Bestimmung in Indium und Thallium 138; in Silicium 388; in Zirkonium 391; in Zirkoniumoxid 398; in Pyrrhotin 144; in Düngemitteln 302; in Blei- und Zinkkonzentraten 395; in biologischen Flüssigkeiten 454; Einfluß auf die Thoriumbestimmung 418; auf die Fällung von Uranylcyanoferrat(II) 210; auf die Nickelbestimmung 26; Bestimmung von Kupfer 139

Zinkacetat, zur Trennung von Jodid aus verschiedenen Lösungen 298
ink-Bacitracin, Bestimmung in Futtermitteln 400
Zinkkonzentrate, Bestimmung von Zink 395
Zinknitroprussiat, zur Bestimmung von Schwefeldioxyd in Luft 61
Zinkstaub, zur Bestimmung von Sauerstoff in Gasen 382
Zinksulfat, Katalysator bei der Oxydation von Oxalsäure mit Permanganat 14
Zinksulfidschichten, spektrochemische Analyse der Oberflächenbindefilme mikrokristalliner Zinksulfidschichten 396
Zinn, Farbreaktion 275; Adsorption an einem Anionenaustauscher 284; komplexometrische Bestimmung von zweiwertigem Zinn 212; Bestimmung in biologischen Flüssigkeiten 454; Einfluß auf die Thoriumbestimmung 418; auf die Bestimmung von Zirkonium und Hafnium 45; Bestimmung von Kupfer 139
Zinn(II), Nachweis mit substituierten Naphthalinderivaten 364
Zinn(IV), Abtrennung von Cadmium 205
Zinnhaltige Materialien, Abtrennung von Indium 211
Zinn-Iridiumlegierungen, Analyse 388
Zinnsalze, polarographische Untersuchung in flüssigem Ammoniumjodid 48
Zirkonium, Beiträge zur analytischen Chemie 42; Farbreaktion 275; Adsorption an einem Anionenaustauscher 284; Reaktion mit Xylenolorange 221; spektrophotometrische Bestimmung mit 9-Methyl-2,3,7-trihydroxy-6-fluoron 352; komplexometrische Titration 42; Bestimmung mit Thioäpfelsäure 213; Abtrennung von Cadmium 205; Abtrennung von Niob und Tantal 218; Bestimmung in Wolframmetall oder -legierungen 391; in Erzen und Konzentraten 214; Einfluß von Fremdionen auf die Bestimmung 45; Einfluß auf die Thoriumbestimmung 418; spektralanalytische Bestimmung von Verunreinigungen 391; Bestimmung von Kupfer 139; von Tantalbeimengungen 139
Zirkonium-95, Bestimmung in Pflanzen 74
Zirkoniumfluorid, Bestimmung von Sauerstoff 302
Zirkoniumlegierungen, Unterscheidung von Titan und seinen Legierungen 390
Zirkoniumnitrid, Beständigkeit und Analyse 143
Zirkoniumoxid, spektrographische Bestimmung kleiner Konzentrationen verschiedener Elemente 397
Zucker, Bestimmung 84; papierchromatographische Trennung von N-Acetylaminozuckern 313; Trennung von Aminosäuren 310; Bestimmung im klinischen Laboratorium 453; Bestimmung von Ascorbinsäure in gebranntem Zucker 229
Zusatzgerät zum Beckman-DU-Spektralphotometer 289